



**Universidad  
Politécnica  
de Cartagena**



**industriales**  
etsii UPCT

# **Fricción, desgaste y análisis de superficie de acero inoxidable/zafiro con nuevos tipos de lubricantes sintéticos avanzados**

**Titulación:** Ingeniería Industrial

**Alumno/a:** Guillermo Salar Alcaraz

**Director/a/s:** María Dolores Bermúdez Olivares

Tulia Espinosa Rodríguez

Cartagena, a 23 de abril de 2013



## Índice

1.	Introducción .....	13
1.1.	¿Qué es la tribología? .....	13
1.2.	Historia de la tribología.....	13
1.3.	Fricción .....	16
1.4.	Desgaste.....	18
1.4.1.	Tipos de desgaste.....	18
1.5.	Lubricación.....	23
1.5.1	Fundamentos de lubricación .....	24
1.5.2	Propiedades de los lubricantes .....	28
1.5.3	Composición de los lubricantes. ....	31
1.5.4	Grasas y aceites. Aplicaciones.....	33
1.6.	Líquidos iónicos .....	34
1.6.1	Propiedades físico-químicas.....	35
1.6.2	Aplicaciones.....	38
1.6.3	Lubricación con líquidos iónicos .....	40
1.6.4	Análisis de la distribución de temperatura en el contacto – Hot Spots ...	42
2.	Materiales y Métodos Experimentales.....	45
2.1.	Materiales empleados en los experimentos .....	45
2.1.1	Acero AISI 316 L.....	45
2.1.2	Zafiro (99%).....	46
2.1.3	Lubricantes .....	47
2.2.	Equipos usados.....	52
2.3.	Métodos experimentales.....	59
2.3.1	Preparación de las probetas de acero .....	59
2.3.2	Medida de la rugosidad .....	59
2.3.3	Ensayos de fricción y desgaste .....	60
3.	Objetivos del proyecto.....	63
3.1.	Objetivos del proyecto .....	63
4.	Discusión de resultados.....	65
4.1.	Oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO).....	65
4.1.1.	Antecedentes del comportamiento tribológico del oleato 2-hidroxi dietanolamonio a temperatura ambiente.....	65
4.1.2.	Evolución del coeficiente de fricción .....	65
4.1.3.	Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L.....	67
4.1.4.	Mecanismos de desgaste .....	67

4.2.	EM – 635 .....	74
4.2.1.	Evolución del coeficiente de fricción .....	74
4.2.2.	Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L .....	75
4.2.3.	Mecanismos de desgaste .....	76
4.3.	EM – 636 .....	80
4.3.1.	Evolución del coeficiente de fricción .....	80
4.3.2.	Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L .....	81
4.3.3.	Mecanismos de desgaste .....	81
4.4.	EM – 638 .....	85
4.4.1	Evolución del coeficiente de fricción .....	85
4.4.2	Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L .....	86
4.4.3	Mecanismos de desgaste .....	86
4.5.	LNTf – 102 .....	90
4.5.1.	Evolución del coeficiente de fricción .....	90
4.5.2.	Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L .....	94
4.5.3.	Mecanismos de desgaste .....	95
5.	Conclusiones.....	100
5.1.	Conclusiones finales.....	100
A.	Ensayos tribológicos .....	104
A.1.	Ensayos de lubricación con oleato 2-hidroxi dietanolamonio.....	104
A.1.1.	Ensayo 1 (DO100T_1) .....	104
A.1.2.	Ensayo 2 (DO100T_2) .....	111
A.1.3.	Ensayo 3 (DO100T_3) .....	114
A.1.4.	Ensayo 4 (DO100T_4) .....	117
A.2.	Ensayos de lubricación con EM – 635 .....	120
A.2.1.	Ensayo 1 (EM-635_1).....	120
A.2.2.	Ensayo 2 (EM-635_2).....	122
A.2.3.	Ensayo 3 (EM-635_3).....	125
A.3.	EM – 636 .....	127
A.3.1.	Ensayo 1 (EM-636_1).....	127
A.3.2.	Ensayo 2 (EM-636_2).....	130
A.3.3.	Ensayo 3 (EM-636_3).....	132
A.4.	Ensayos de lubricación con EM – 638 .....	135
A.4.1.	Ensayo 1 (EM-638_1).....	135
A.4.2.	Ensayo 2 (EM-638_2).....	137
A.4.3.	Ensayo 3 (EM-638_3).....	140
A.5.	Ensayos de lubricación con LNTf – 102 .....	142
A.5.1.	Ensayo 1 (LNTf-102).....	142



## Índice de tablas

Tabla 1.1 Tabla ejemplo de coeficiente de rozamientos .....	17
Tabla 1.2 Efectos de los aditivos a los lubricantes .....	33
Tabla 2.1 Composición química del acero inoxidable AISI 316 L.....	45
Tabla 2.2 Propiedades mecánicas del acero inoxidable AISI 316 L.....	46
Tabla 2.3 Propiedades térmicas y eléctricas del acero inoxidable AISI 316 L.....	46
Tabla 2.4 Propiedades mecánicas del zafiro .....	46
Tabla 2.5 Propiedades térmicas y eléctricas del zafiro .....	47
Tabla 2.6 Resumen de propiedades del oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO).....	47
Tabla 2.7 Rugosidades medias de las probetas usadas en los ensayos .....	60
Tabla 4.1 Valores del coeficiente de fricción, volumen y tasa de desgaste a temperatura ambiente del DO.....	65
Tabla 4.2 Valor del coeficiente de fricción medio para el DO a 100°C	66
Tabla 4.3 Volumen y tasa de desgaste DO a 100°C .....	67
Tabla 4.4 Porcentajes en peso y atómicos fuera de la huella de desgaste (DO 100°C) ..	72
Tabla 4.5 Porcentajes en peso y atómicos dentro de la huella de desgaste (DO 100°C) .....	73
Tabla 4.6 Coeficiente de fricción medio total (EM-635) .....	75
Tabla 4.7 Valores de volumen y tasa de desgaste (EM-635).....	75
Tabla 4.8 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (EM-635).....	78
Tabla 4.9 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (EM-635).....	79
Tabla 4.10 Coeficiente de fricción medio (EM-636).....	81
Tabla 4.11 Valores del volumen y tasa de desgaste (EM-636).....	81
Tabla 4.12 . Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (EM-636).....	84
Tabla 4.13 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (EM-636).....	84
Tabla 4.14 Coeficiente de fricción medio (EM-638).....	85
Tabla 4.15 Valores del volumen y tasa de desgaste (EM-638).....	86
Tabla 4.16 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (EM-638).....	89
Tabla 4.17 Porcentajes en peso y atómico de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (EM-638).....	89
Tabla 4.18 Comparativa de los coeficientes de fricción y tasas de desgaste de los líquidos iónicos estudiados.....	91
Tabla 4.19 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (LNTf-102).....	97
Tabla 4.20 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (LNTf-102).....	98
Tabla A.1. Tabla de valores del volumen y tasa de desgaste. Ensayo DO100T_1 .....	110
Tabla A.2. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo DO100T_2 .....	113
Tabla A.3. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo DO100T_3 .....	116
Tabla A.4. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo DO100T_4.....	119
Tabla A.5. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-635_1 .....	121

Tabla A.6. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-635_2 .....	124
Tabla A.7. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-635_3 .....	126
Tabla A.8. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-636_1 .....	129
Tabla A.9. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-636_2 .....	131
Tabla A.10. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-636_3 .....	134
Tabla A.11. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-638_1 .....	136
Tabla A.12. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-638_2 .....	139
Tabla A.13. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-638_3 .....	141
Tabla A.14. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo LNTf-102 .....	144

## Índice de figuras

Figura 1.1 Ilustración egipcia de El Coloso de Bersheh .....	14
Figura 1.2 Tribómetros de Leonardo DaVinci .....	14
Figura 1.3 Detalle microscópico del contacto de dos superficies rugosas .....	15
Figura 1.4 Coeficientes de fricción en función de la carga aplicada .....	17
Figura 1.5 Desgaste por abrasión a 2 cuerpos (a) y a 3 cuerpos (b) .....	18
Figura 1.6 Regímenes de desgaste abrasivo .....	19
Figura 1.1.7. Regímenes de desgaste abrasivo .....	19
Figura 1.8 Proceso de desgaste adhesivo .....	20
Figura 1.9 Coeficiente de adhesión en función de la dureza y la estructura cristalina ..	20
Figura 1.10 Superficies rugosa y lisa erosionadas .....	21
Figura 1.11 Influencia del ángulo de ataque según el tipo de material en la erosión ....	22
Figura 1.12 Efectos del desgaste por cavitación .....	23
Figura 1.13 Capa de presión hidrodinámica .....	25
Figura 1.14 Detalle de la capa elastohidrodinámica en un rodamiento de bolas .....	26
Figura 1.15 Curva de Stribeck .....	27
Figura 1.16 Coeficiente de fricción según el régimen de lubricación .....	28
Figura 1.17 Ley de Newton de la viscosidad .....	28
Figura 1.18 Cadenas esquemáticas de los distintos tipos de aceites base minerales .....	32
Figura 1.19 Formación de líquidos iónicos próticos y apróticos .....	34
Figura 1.20 Evolución de las publicaciones de artículos sobre el uso de LI como lubricantes .....	40
Figura 1.21 Distribución de temperaturas del área de contacto .....	43
Figura 2.1 Microestructura del acero inoxidable AISI 316 L .....	45
Figura 2.2 Formulación química del oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO) .....	47
Figura 2.3 Gráfico de la TGA para el oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO) .....	48
Figura 2.4 Espectro infrarrojo del oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO) .....	48
Figura 2.5 Formulación química del bis (trifluorometanosulfonyl) imida de 1-etil-3-metilimidazolio .....	49
Figura 2.6 Formulación química del EM-635 .....	49
Figura 2.7 Formulación química del EM-636 .....	50
Figura 2.8 Formulación química del EM-638 .....	50
Figura 2.9 Gráfico comparativo de la TGA en aire de los nuevos líquidos .....	51
Figura 2.10 Gráfico comparativo de la TGA en nitrógeno de los líquidos nuevos .....	51
Figura 2.11 Gráfico comparativo de la DSC de los líquidos nuevos .....	52
Figura 2.12 Tribómetro Microtest MT/30/SCM/T .....	52
Figura 2.13 Horno del tribómetro .....	53
Figura 2.14 Esquema del punzón que contiene la bola de zafiro .....	53
Figura 2.15 Esquema general de los elementos auxiliares del tribómetro .....	53

Figura 2.16 Medidor de resistencia eléctrica .....	54
Figura 2.17 Cortadora de precisión ISOMET 4000 .....	54
Figura 2.18 Pulidora metalográfica Phoenix Beta.....	55
Figura 2.19 Rugosímetro ProfileTest.....	55
Figura 2.20 Microperfilómetro Taylor Hobson Talysurf CLI 500.....	56
Figura 2.21 Microscopio óptico Leica DMR.....	57
Figura 2.22 Microscopio electrónico de barrido Hitachi S-3500N .....	58
Figura 2.23 Esquema secuencial de los ensayos realizados.....	59
Figura 4.1 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido (DO 100°C) .....	66
Figura 4.2 Evolución de la temperatura del lubricante (DO 100°C).....	66
Figura 4.3 Huella sobre la probeta con DO a 100°C a 10x.....	67
Figura 4.4 Huella sobre la bola de zafiro con DO a 100°C a 20x.....	68
Figura 4.5 Micrografía electrónica a 500 aumentos de la huella sobre la bola de zafiro .....	68
Figura 4.6 Espectro EDX dentro de la zona desgastada .....	69
Figura 4.7 Espectro EDX fuera de la zona desgastada de la bola de zafiro.....	69
Figura 4.8 Mapas elementales de oxígeno y aluminio presentes en la zona estudiada .	70
Figura 4.9 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (DO 100°C) .....	70
Figura 4.10 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (DO 100°C) .....	71
Figura 4.11 Micrografía electrónica a 400 aumentos (DO 100°C).....	71
Figura 4.12 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (DO 100°C).....	72
Figura 4.13 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (DO) .....	73
Figura 4.14 Micrografía electrónica a 400 aumentos de las partículas de desgaste (DO 100°C) .....	73
Figura 4.15 Espectro EDX de las partículas de desgaste (DO 100°C).....	74
Figura 4.16 Representación gráfica del coeficiente de fricción medio frente al recorrido (EM-635) .....	75
Figura 4.17 Micrografía óptica de la huella de desgaste (EM-635) .....	76
Figura 4.18 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (EM-635) .....	76
Figura 4.19 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (EM-635) .....	77
Figura 4.20 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (EM-635) .....	77
Figura 4.21 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (EM-635) .....	78
Figura 4.22 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (EM-635) .....	79
Figura 4.23 Mapa elemental de oxígeno en la zona estudiada (EM-635).....	80
Figura 4.24 Representación gráfica del coeficiente de fricción medio frente al recorrido (EM-636) .....	80
Figura 4.25 Micrografía óptica de la huella de desgaste 20x (EM-636).....	81
Figura 4.26 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (EM-636) .....	82
Figura 4.27 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (EM-636) .....	82
Figura 4.28 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (EM-636) .....	83
Figura 4.29 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (EM-636) .....	83
Figura 4.30 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (EM-636) .....	84
Figura 4.31 Mapa elemental de oxígeno presente en la zona estudiada (EM-636) .....	85
Figura 4.32 Representación gráfica del coeficiente de fricción medio frente al recorrido (EM-638) .....	85
Figura 4.33 Micrografía óptica de la huella de desgaste (EM-638) .....	86

Figura 4.34 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (EM-638) .....	87
Figura 4.35 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (EM-638) .....	87
Figura 4.36 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (EM-638) .....	88
Figura 4.37 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (EM-638) .....	88
Figura 4.38 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (EM-638) .....	89
Figura 4.39 Mapa elemental de oxígeno presente en la zona de la huella estudiada (EM-638) .....	90
Figura 4.40 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido (LNTf-102) .....	90
Figura 4.41 Representación gráfica comparativa de los coeficientes de fricción frente al recorrido de los líquidos EM 635, EM 636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C .....	91
Figura 4.42 Gráfico de barras comparando los coeficientes de fricción de los líquidos iónicos EM - 635, EM - 636, EM - 638, DO 25°C, DO 100°C .....	92
Figura 4.43 Gráfica comparativa de las tasas de desgaste .....	92
Figura 4.44 Gráfica comparativa de las tasas de desgaste con escala logarítmica del eje Y .....	93
Figura 4.45 Superficie alineada comparando los líquidos EM 635, EM636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C .....	93
Figura 4.46 Perfil topográfico tridimensional comparando los líquidos EM 635, EM636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C .....	94
Figura 4.47 Perfil medio de la huellas comparando los líquidos EM 635, EM636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C .....	94
Figura 4.48 Micrografía óptica de la huella de desgaste a 20x (LNTf-102) .....	95
Figura 4.49 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (LNTf-102) .....	95
Figura 4.50 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (LNTf-102) .....	96
Figura 4.51 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (LNTf-102) .....	96
Figura 4.52 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (LNTf-102) .....	97
Figura 4.53 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (LNTf-102) .....	97
Figura 4.54 Mapa elemental de oxígeno presente en la zona estudiada (LNTf-102) ....	98
Figura A.1 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T_1 .....	104
Figura A.2 Representación gráfica de la temperatura del lubricante del ensayo DO100T_1 .....	104
Figura A.3 Cuerda de la huella arriba del ensayo DO100T_1 .....	105
Figura A.4 Cuerda de la huella abajo del ensayo DO100T_1 .....	105
Figura A.5 Cuerda de la huella izquierda del ensayo DO100T_1 .....	106
Figura A.6 Cuerda de la huella derecha del ensayo DO100T_1 .....	106
Figura A.7 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de arriba del ensayo DO100T_1 .....	107
Figura A.8 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de la izquierda del ensayo DO100T_1 .....	107
Figura A.9 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de la derecha del ensayo DO100T_1 .....	108
Figura A.10 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de abajo del ensayo DO100T_1 .....	108
Figura A.11 Perfiles medios de la huella con área de agujero y exterior. Ensayo DO100T_1 .....	109

Figura A.12 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T_1 .....	110
Figura A.13 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T_2 .....	111
Figura A.14 Representación gráfica de la temperatura del lubricante del ensayo DO100T_2 .....	111
Figura A.15 Cuerda de la huella arriba del ensayo DO100T_2 .....	112
Figura A.16 Cálculo del volumen de hueco y pico de la huella. Ensayo DO100T_2 ..	112
Figura A.17 Perfil medio de la huella y cálculo de áreas exterior y de agujero. Ensayo DO100T_2 .....	113
Figura A.18 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T_2 .....	113
Figura A.19 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T_3 .....	114
Figura A.20 Representación gráfica de la temperatura del lubricante del ensayo dO100T_3 .....	114
Figura A.21 Cuerda de la huella del ensayo DO100T_3 .....	115
Figura A.22 Cálculo del volumen de pico y hueco del ensayo DO100T_3 .....	115
Figura A.23 Perfil medio de la huella y cálculo de área exterior y de agujero del ensayo DO100T_3 .....	116
Figura A.24 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T_3 .....	116
Figura A.25 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T_4 .....	117
Figura A.26 Representación de la temperatura del lubricante del ensayo DO100T_4 .....	117
Figura A.27 Cuerda de la huella del ensayo DO100T_4 .....	118
Figura A.28 Cálculo del volumen de pico y hueco del ensayo DO100T_4 .....	118
Figura A.29 Perfil medio de la huella del ensayo DO100T_4 .....	119
Figura A.30 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T_4 .....	119
Figura A.31 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-635_1 .....	120
Figura A.32 Cuerda de la huella del ensayo EM-635_1 .....	120
Figura A.33 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-635_1 .....	121
Figura A.34 Perfil medio de la huella del ensayo EM-635_1 .....	121
Figura A.35 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo EM-635_1 .....	122
Figura A.36 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-635_2 .....	122
Figura A.37 Cuerda de la huella del ensayo EM-635_2 .....	123
Figura A.38 Cálculo del volumen de pico y hueco del ensayo EM-635_2 .....	123
Figura A.39 Perfil medio de la huella del ensayo EM-635_2 .....	124
Figura A.40 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo EM-635_2 .....	124
Figura A.41 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-635_3 .....	125
Figura A.42 Cuerda de la huella del ensayo EM-635_3 .....	125
Figura A.43 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-635_3 .....	126
Figura A.44 Perfil medio de la huella del ensayo EM-635_3 .....	126

Figura A.45 Perfiles topográficos tridimensionales del ensayo EM-635_3.....	127
Figura A.46 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-636_1 .....	127
Figura A.47 Cuerda de la huella del ensayo EM-636_1.....	128
Figura A.48 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-636_1 .....	128
Figura A.49 Perfil medio de la huella del ensayo EM-636_1 .....	129
Figura A.50 Perfiles topográficos tridimensionales del ensayo EM-636_1.....	129
Figura A.51 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-636_2 .....	130
Figura A.52 Cuerda de la huella del ensayo EM-636_2.....	130
Figura A.53 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-636_2 .....	131
Figura A.54 Perfil medio de la huella del ensayo EM-636_2 .....	131
Figura A.55 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo EM-636_2 .....	132
Figura A.56 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-636_3 .....	132
Figura A.57 Cuerda de la huella del ensayo Em-636_3 .....	133
Figura A.58 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-636_3 .....	133
Figura A.59 Perfil medio de la huella del ensayo EM-636_3 .....	134
Figura A.60 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-636_3.....	134
Figura A.61 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-638_1 .....	135
Figura A.62 Cuerda de la huella del ensayo EM-638_1.....	135
Figura A.63 Cálculo del volumen de hueco y pico de la huella del ensayo EM-638_1 .....	136
Figura A.64 Perfil medio de la huella del ensayo EM-638_1 .....	136
Figura A.65 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-638_1.....	137
Figura A.66 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-638_2 .....	137
Figura A.67 Cuerda de la huella del ensayo EM-638_2.....	138
Figura A.68 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-638_2 .....	138
Figura A.69 Perfil medio de la huella del ensayo EM-638_2 .....	139
Figura A.70 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-638_2.....	139
Figura A.71 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-638_3 .....	140
Figura A.72 Cuerda de la huella del ensayo EM-638_3.....	140
Figura A.73 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-638_3 .....	141
Figura A.74 Perfil medio de la huella del ensayo EM-638_3 .....	141
Figura A.75 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-638_3.....	142
Figura A.76 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo LNTf-102 .....	142
Figura A.77 Cuerda de la huella del ensayo LNTf-102.....	143
Figura A.78 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo LNTf-102 .....	143
Figura A.79 Perfil medio de la huella del ensayo LNTf-102 .....	144
Figura A.80 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo LNTf-102.....	144



# Capítulo I: Introducción



## 1. Introducción

### 1.1. ¿Qué es la tribología?

La tribología se define como la ciencia que estudia los fenómenos que se producen al moverse dos superficies que se encuentran en contacto, la una respecto a la otra. Esta interacción de ambas superficies se puede manifestar mediante diversos fenómenos: disipación de energía (coeficiente de rozamiento), modificación de sus características básicas (rugosidad), alteración de propiedades físicas (dureza) o pérdida de material (desgaste). Todos estos fenómenos pueden ocurrir simultáneamente durante el contacto de dichas superficies. Por tanto, la tribología es la ciencia que se encarga del estudio de la fricción, el desgaste y la lubricación durante el contacto entre superficies sólidas en movimiento.

El término tribología viene de la palabra griega *tribos* que significa rozamiento o frotamiento, el cual fue acuñado para describir un programa de acciones del gobierno inglés, nacido a raíz del Reporte Jost (1966). Es una ciencia que requiere conocimientos de física, química y tecnología de materiales para poder desarrollarla. Sus tareas principales se centran en reducir la fricción y el desgaste para conseguir mejores resultados energéticos, movimientos más rápidos y precisos y reducir el mantenimiento.

Aunque el término se haya usado universalmente desde finales del siglo XX, los antecedentes de la tribología se remontan a la época Prehistórica.

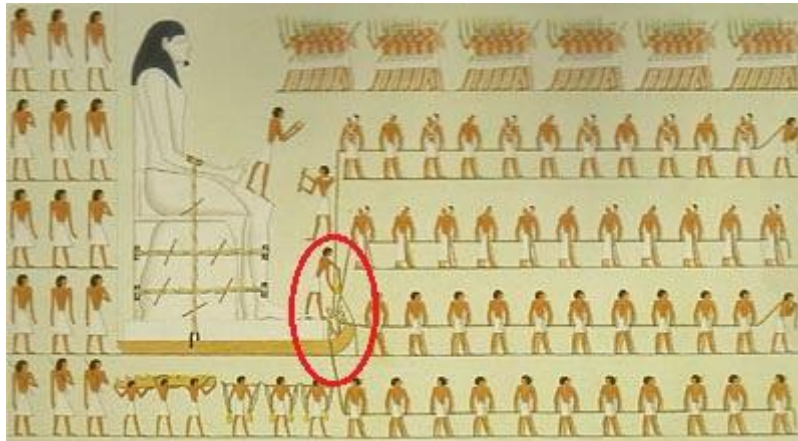
### 1.2. Historia de la tribología

Al estudiar la tribología es imposible ignorar las etapas por las que pasó el hombre primitivo, ya que son las que señalan el momento en el que esta ciencia, por entonces “desconocida”, influyó en su evolución.

Uno de los primeros restos relacionados con esta ciencia data del Paleolítico, son las brocas realizadas para perforar agujeros o para producir fuego que eran fijadas con rodamientos hechos de cornamentas o hueso.

El invento de la rueda, uno de los grandes hitos de la humanidad, muestra el gran interés por reducir la fricción en el movimiento traslacional. Estas ventajas del movimiento rodado frente al deslizado puede que fuesen reconocidas por el hombre hacia el año 5000 a.C. en algún lugar de Mesopotamia.

Los egipcios fueron conscientes de los problemas de fricción en el transporte de grandes bloques, por lo que podemos observar el empleo de agua o grasas animales como lubricantes que les ayudaran en la construcción de sus grandes monumentos. Al mismo tiempo sustituyeron los materiales de las superficies de contacto por otros con menor coeficiente de rozamiento.



**Figura 1.1 Ilustración egipcia de El Coloso de Bersheh**

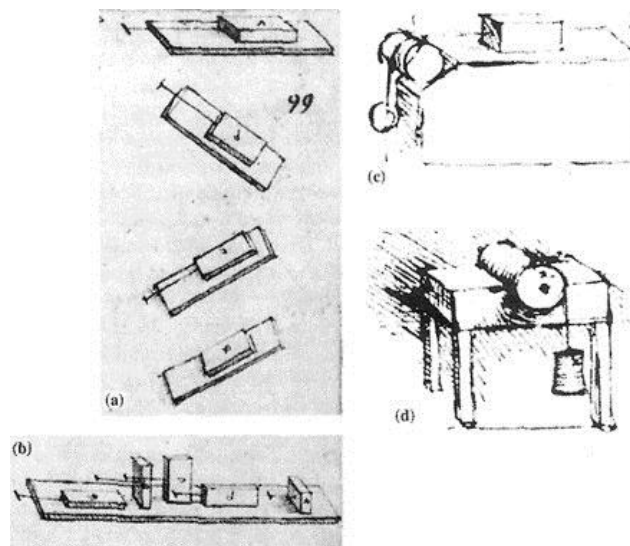
En la Figura 1.1 podemos observar como un hombre arroja algo en la parte delantera del monumento para facilitar su transporte, esto podría ser uno de las primeras pruebas del uso de un lubricante.

Se conoce la implantación de unos primitivos cojinetes lubricados en la antigua china, los cuales fueron siendo desarrollados e introducidos poco a poco.

Sin duda alguna, fue en el Renacimiento cuando se produjo el primer acercamiento teórico a la tribología. El encargado de realizarlo fue Leonardo Da Vinci, introdujo el concepto de coeficiente de rozamiento y postuló las leyes que gobiernan el movimiento de un bloque rectangular que se desliza sobre una superficie plana.

“Las áreas en contacto no tienen efecto en la fricción”.

“Si la carga de un cuerpo es doblada, su fricción también será doblada”.



**Figura 1.2 Tribómetros de Leonardo DaVinci**

En la Figura 1.2 se observan las máquinas diseñadas por Da Vinci para realizar sus experimentos relacionados con la tribología, podrían considerarse los primeros tribómetros. Leonardo también diseñó diferentes tipos de rodamientos, pero por desgracia sus escritos no fueron publicados hasta cientos de años después.

Fue el físico francés Amontons quien redescubrió las leyes de la fricción al estudiar el deslizamiento entre dos superficies planas en 1699. En cuanto a las leyes de fricción establecidas por Amontons, tenemos las aplicables sólo a fricción en seco:

1. “La fuerza de fricción es proporcional a la carga normal”.
2. “La fuerza de fricción es independiente del área de contacto”.

Al mismo tiempo, en 1785, el francés Coulomb estudió y comprobó las investigaciones de su compatriota y añadió una tercera ley:

3. “La fuerza de fricción es independiente de la velocidad de deslizamiento”.

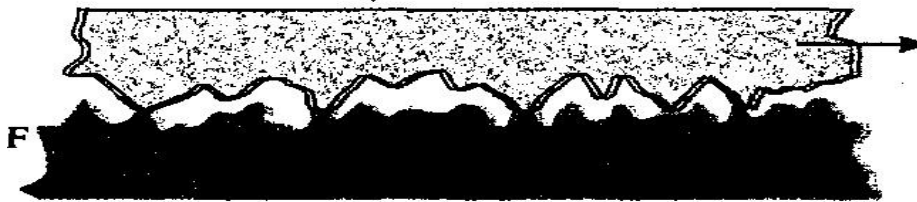
El estudio de los temas relacionados con la lubricación se ve incrementado con la llegada de la Revolución Industrial, aumentando en gran número los ensayos y prácticas que se realizan.

En 1855 Petroff demuestra el valor como lubricante de los aceites minerales destilados del petróleo, y poco después Tower publica la conductividad de los líquidos, confirmando así los trabajos de Petroff.

Fue Tower, con sus estudios sobre la fricción de cojinetes en los soportes de los ejes de los carros del ferrocarril para diseñar el mejor medio de lubricarlos, quien impulsó en gran manera el desarrollo de la teoría de lubricación hidrodinámica de cojinetes.

Ya en el siglo XX, y de manera más acentuada, a partir de la I Guerra Mundial, el elevado ritmo del progreso mecánico obligó a mejorar las técnicas de lubricación. Pudiendo destacar dos hechos muy relevantes en la lubricación: Hardy (1922) y la lubricación límite; junto con Ertel y Grubin y la lubricación elastohidrodinámica.

En 1950, Bowden y Tabor dieron una explicación física a las leyes de la fricción enunciadas por Amontons y Coulomb siglos atrás. Consiguiendo matizar a estos últimos concluyendo que la fricción sí depende del área de contacto, pero del área real de contacto de las asperezas, no de la aparente. Esto podemos observarlo en la Figura 1.3, en el contacto entre dos superficies rugosas.



**Figura 1.3 Detalle microscópico del contacto de dos superficies rugosas**

En el trabajo de Bowden y Tabor se realiza una discusión detallada sobre el mecanismo de desgaste adhesivo, según el cual, la energía perdida en el mecanismo de fricción se transforma en una deformación plástica de las asperezas del contacto.

El estudio del desgaste es una materia mucho más reciente que la de la fricción, y comenzaron a desarrollarse a mediados del siglo XX, siendo Rangar Holm uno de los primeros en aportar contribuciones importantes.

En la década de los 60 del siglo pasado, se produjo un gran aumento en los fallos mecánicos debido al desgaste mecánico y a los efectos derivados del mismo, lo cual conllevó a grandes pérdidas económicas ya que al mejorar la tecnología, el coste de las instalaciones aumentaba y por tanto las averías derivadas de la fricción suponían un gran problema.

Esto condujo, en 1964, a la convocatoria de la *Conferencia de Lubricación Hierro y Acero* en Cardiff. Fue entonces cuando el gobierno británico organizó un grupo de trabajo, encabezado por H.P. Jost, para investigar sobre la lubricación y sus temas relacionados con las necesidades de la industria.

De este modo, el 9 de marzo de 1966 se publica el informe de este grupo de trabajo bajo el nombre de *Informe Jost*, en el que se publicó la palabra tribología como ciencia que reunía la fricción, el desgaste y la lubricación.

### 1.3. Fricción

La fricción se define como: “*resistencia al movimiento relativo entre dos cuerpos que están en contacto*”. La fuerza de fricción tiene siempre la dirección del movimiento y su sentido es opuesto al de este. Por esto, se trata de una fuerza capaz de cambiar su sentido dependiendo del sistema de fuerzas actuantes sobre el cuerpo en movimiento.

Para que exista fricción debe existir una fuerza normal a la superficie de contacto que mantenga unidas a ambas superficies, siendo el valor de la fuerza de rozamiento proporcional al valor de esta última. Al mismo tiempo, también depende de otro factor que es el coeficiente de rozamiento ( $\mu$ ), que se define como la relación entre la fuerza de fricción ( $F_f$ ) y la carga normal ( $F_N$ ):

$$\mu = \frac{F_f}{F_N}$$

Este coeficiente expresa la pérdida gradual de energía cinética, donde parte de ella se disipa en forma de calor y otra parte interviene en los procesos de deformación, llevando al desgaste de las superficies en contacto. En un contacto, la fricción está influida por diversos parámetros entre los que encontramos la geometría de las superficies en contacto, sus propiedades, las condiciones y el lubricante utilizado.

Existen dos tipos de fricción fundamentales de los que se derivan dos coeficientes de fricción: la fricción estática y la fricción dinámica.

- Fricción estática: se define como la resistencia que hay que superar para poner en movimiento un cuerpo con respecto a otro con el que se encuentra en contacto. Se produce un aumento desde cero hasta un valor máximo, el cual se alcanza un instante antes de que el cuerpo comience su movimiento. El coeficiente de fricción estático se nombra como  $\mu_s$ .
- Fricción dinámica: es aquella resistencia que se debe superar para mantener el movimiento que un móvil lleva. Si las características de contacto no varían, su valor se mantiene constante. El coeficiente de rozamiento de este tipo de fricción se representa como  $\mu_k$ , y su valor es normalmente menor que el estático.

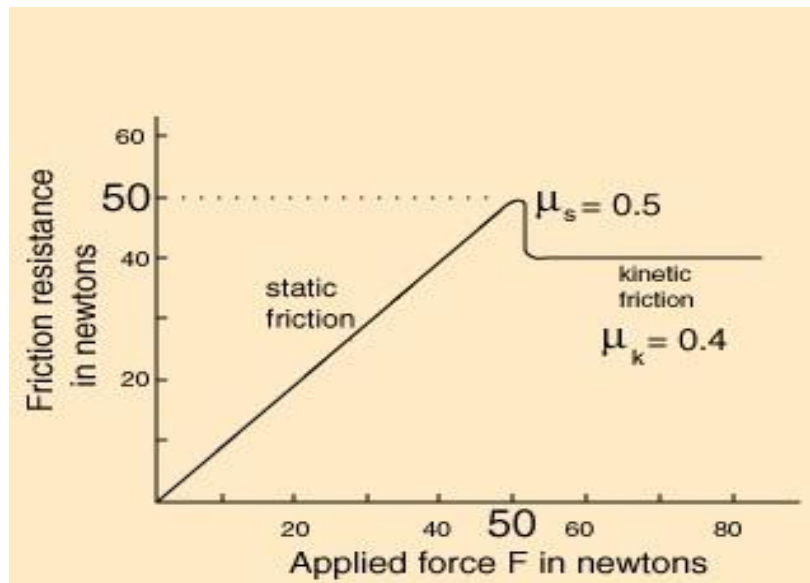


Figura 1.4 Coeficientes de fricción en función de la carga aplicada

En la Figura 1.4 observamos el comportamiento general de un móvil sobre una superficie, con un cierto coeficiente de rozamiento estático, el cual va aumentando al aplicarle una fuerza. En la zona inicial, la fuerza de rozamiento estática soporta la carga aplicada y así se evita cualquier movimiento. Al superar la fuerza aplicada un cierto valor límite es cuando el móvil comienza a moverse y así el coeficiente de rozamiento desciende ligeramente, siendo este el dinámico.

La explicación teórica a este comportamiento es el fenómeno de *soldadura fría* que algunos autores indican que se produce en el contacto entre dos superficies lisas del mismo metal. Si existe una película de aceite lubricante entre ambas superficies se evita el contacto directo entre ellas, y por tanto la mencionada soldadura. Al aplicar una fuerza lo suficientemente grande, se rompe la soldadura fría produciendo un movimiento con un coeficiente de rozamiento menos que el que se tenía en el estado estático.

**En la existencia de fricción el factor principal que la produce es la irregularidad de las superficies de contacto. Los parámetros que influyen en esta irregularidad son el grado de rugosidad de los materiales y la naturaleza de los mismos. De esta manera podemos decir que algunos contactos tienen mayor “afinidad tribológica” que otros. En la Tabla 1.1 Tabla ejemplo de coeficiente de rozamientos**

tenemos unos ejemplos de los coeficientes de rozamiento en diferentes contactos.

Superficies en contacto	$\mu_s$	$\mu_k$
Cu-Acero	0.53	0.36
Acero-Acero	0.74	0.57
Al-Acero	0.61	0.47
Caucho-Cemento	1.0	0.8
Madera-Madera	0.25-0.5	0.2
Madera encerada-Nieve húmeda	0.14	0.1
Teflón-Teflón	0.04	0.04
Articulaciones sinoviales en el cuerpo humano	0.01	0.003

Tabla 1.1 Tabla ejemplo de coeficiente de rozamientos

La resistencia a la rodadura es otro caso de fricción. Cuando un cuerpo real rueda sobre una superficie real se producen unas deformaciones debidas a la presión en el contacto. El área de contacto va aumentando hasta que la presión disminuye y se restablece una situación de equilibrio elastostático. Asociado a esta fricción hay también un coeficiente de rozamiento, el llamado coeficiente de resistencia a la rodadura  $\mu_r$ .

## 1.4. Desgaste

El desgaste se define como el daño que se produce sobre una superficie sólida generado por el movimiento relativo entre una superficie y otra sustancia o sustancias en contacto con la primera, que generalmente va asociado a una pérdida gradual de material. Es un efecto provocado por la fricción entre las superficies y en la mayoría de los casos sus consecuencias son indeseables debido a que reducen la vida de los materiales de nuestras herramientas y máquinas conduciéndolos al fin de su vida útil. Sin embargo, no siempre es perjudicial el desgaste, ya que por ejemplo, en las operaciones de esmerilado o pulido es la abrasión – un tipo de desgaste – la que produce los resultados esperados.

### 1.4.1. Tipos de desgaste

Los mecanismos del desgaste son diversos y podemos distinguir entre ellos los siguientes:

#### A. DESGASTE POR ABRASIÓN

Este tipo de desgaste se entiende como el daño que sufren las superficies deslizantes por la acción de partículas sólidas que se encuentran presentes en la zona de rozamiento. Estas partículas pueden ser externas – abrasión a 3 cuerpos – o bien partículas que se desprenden durante el rozamiento – abrasión a 2 cuerpos – las cuales podemos observar en la Figura 1.5. Dichas partículas o microesquirlas suelen ser muy duras, lo cual produce la formación de surcos sobre la superficie blanda y desprendimiento de material de la misma durante el movimiento tangencial de la superficie dura.

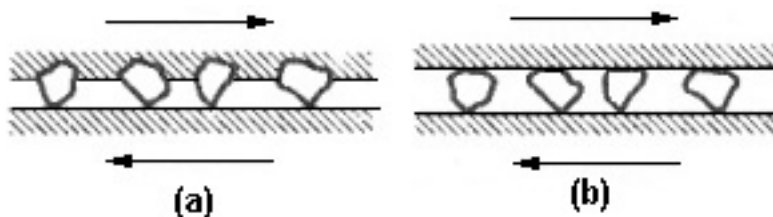


Figura 1.5 Desgaste por abrasión a 2 cuerpos (a) y a 3 cuerpos (b)



Debido a este mecanismo de desgaste, las piezas que lo sufren suelen presentar rayados, marcas profundas o ranuras. La resistencia al desgaste abrasivo de los metales puros y los cerámicos es directamente proporcional a la dureza de los mismos, por lo que se puede reducir la abrasión aplicando tratamientos superficiales a dichos materiales. Este tipo de desgaste es el más habitual y supone el 50% de las sustituciones de elementos de las máquinas en la industria, por lo que su control y estudio es de relevante importancia.

Diferenciando entre la dureza del abrasivo ( $H_a$ ) y la del metal ( $H_m$ ), se pone de manifiesto la dependencia del desgaste abrasivo con las mismas dando lugar así a tres regímenes de desgaste diferentes que vemos en la Figura 1.1.7.

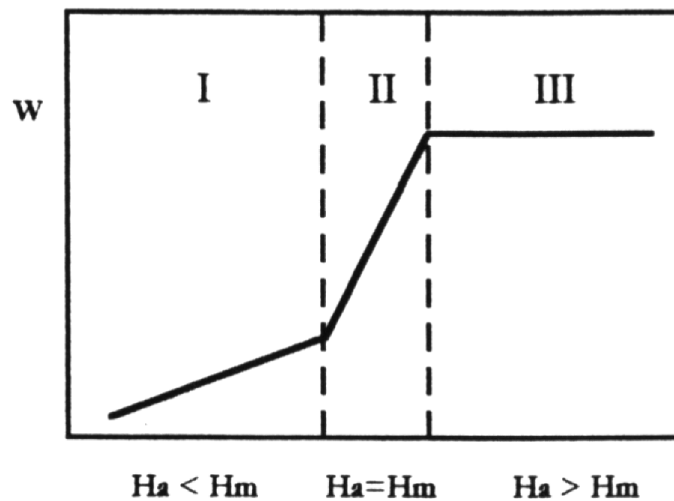


Figura 1.6 Regímenes de desgaste abrasivo

- Sector I, de bajo desgaste, se produce para  $H_a < H_m$ .
- Sector II, zona de transición, se da para  $H_a = H_m$ .
- Sector III, zona de alto desgaste, se produce cuando  $H_a > H_m$ .

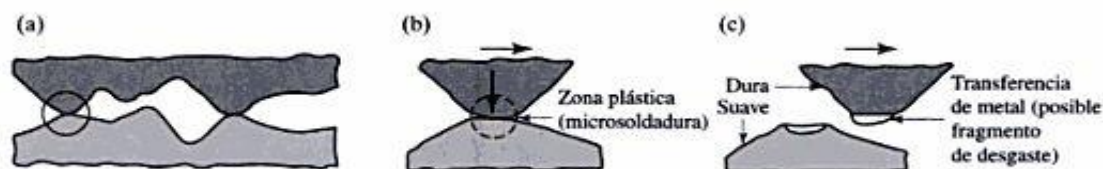
Esto lleva a la importante conclusión de que, para reducir la componente abrasiva del desgaste, la dureza  $H_m$  del material, debe ser mayor que la dureza de las partículas abrasivas, en un factor de alrededor de 1,3, es decir:  $H_m = 1.3 \cdot H_a$

## B. DESGASTE POR ADHESIÓN

En este tipo de desgaste se produce transferencia de material de un elemento a otro. A distancias de alrededor de 1 nm, en las áreas de contacto reales entran en acción fuerzas superficiales de rango corto, cuyo tipo depende de la naturaleza de las superficies de contacto. Se piensa que si la solubilidad mutua es baja no se adhieren las superficies. La adhesión depende de esta solubilidad mutua de los materiales en contacto, siendo más importante en aquellos casos donde las superficies que deslizan no son muy rugosas y las durezas de ambas no son muy diferentes.

El fenómeno de la adhesión provoca una transferencia de material de una superficie a otra. En general, cuando se tienen materiales de dureza diferente la transferencia suele ser del material más débil al más resistente. El proceso es el siguiente: las asperezas se

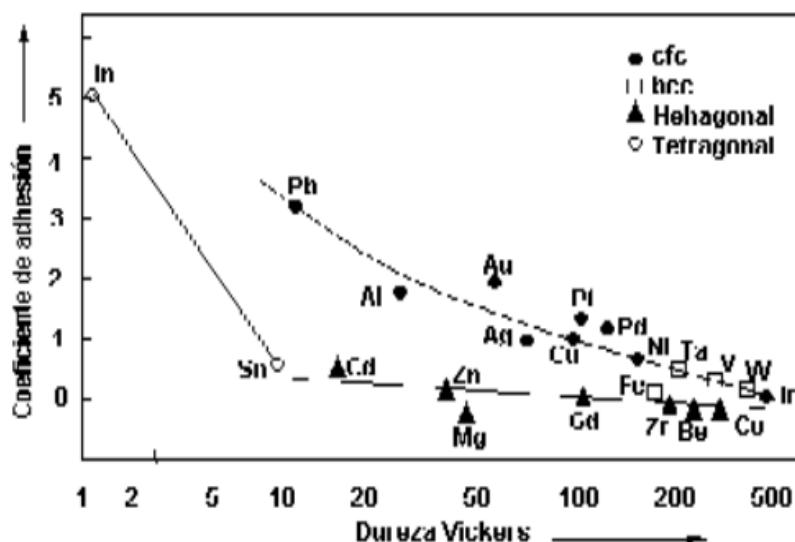
ponen en contacto, se sueldan, y posteriormente se produce una fractura por un lugar diferente a la unión formada dejando una porción de material sobre la otra. El desgaste adhesivo se ve favorecido por la presencia de altas presiones localizadas en las asperezas en contacto. En la Figura 1.8 podemos ver la representación gráfica de estos procesos: a) dos asperezas que se tocan, b) adhesión entre las dos asperezas y c) formación de una partícula de desgaste.



### Figura 1.8 Proceso de desgaste adhesivo

La tendencia a formar regiones adheridas depende de las propiedades físicas y químicas de los materiales en contacto, de los valores de carga aplicados y de las propiedades de los materiales que están sobre las superficies, y finalmente de la rugosidad. Por lo general el contacto entre metales es no metálico, debido a la presencia de capas absorbidas como óxidos. La adhesión en este caso tiene lugar mediante enlaces débiles o fuerzas de Van der Waals; sin embargo la deformación de las asperezas puede provocar el rompimiento de estas capas, siendo así la unión de la interface por medio de enlaces covalentes y metálicos.

Mientras que la fuerza de adhesión dependa del área real de contacto, seguirán influyendo la resistencia a la deformación plástica de los materiales, la estructura cristalina y el número de sistemas de deslizamiento. Sikorski mostró la fuerte tendencia a la adhesión según el tipo de estructura cristalina de los materiales, mostrada en la Figura 1.9.



**Figura 1.9 Coeficiente de adhesión en función de la dureza y la estructura cristalina**



### C. DESGASTE POR EROSIÓN

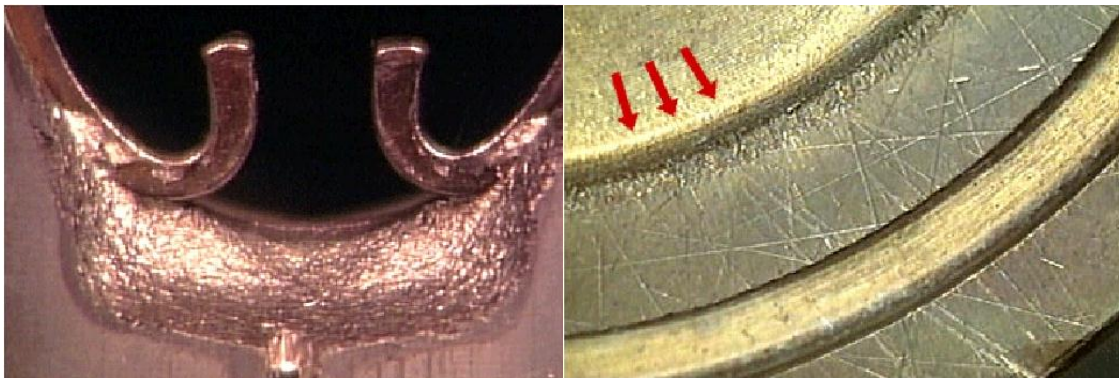
Este tipo de desgaste es producido por una corriente de partículas abrasivas. Es muy común que se presente en toberas de motores, turbinas de gas, tubos de escape, etc.

Las teorías más modernas sobre este tipo de desgaste fueron desarrolladas por Bitter, quien consideró el desgaste como una suma de dos tipos de daños: el deformacional y el de corte. Dicha teoría se basa en la capacidad del material de absorber energía del exterior y almacenarla en forma de energía interna. Postuló la existencia de una densidad límite a partir de la cual el material es dañado. Según Bitter, el desgaste no se produce si el impacto entre las partículas y el material da lugar a una interacción elástica.

Los factores que intervienen en el desgaste por erosión son los siguientes:

- Presencia de partículas erosivas
- Propiedades de dichas partículas
- Propiedades de las superficies adyacentes
- Propiedades del fluido
- Velocidad de impacto
- Temperatura

Las superficies erosionadas pueden tener una apariencia diferente: lisa, rugosa, afilada o áspera. Esto depende de cómo sean las partículas que atacan, su tamaño, dureza y momento.



**Figura 1.10 Superficies rugosa y lisa erosionadas**

La erosión ocurre cuando las partículas son obligadas a cambiar de dirección como por ejemplo en giros o restricciones. Se producirá una erosión más importante donde la velocidad de impacto sea mayor.

Del mismo modo, podemos diferenciar entre el tipo de material que es atacado; los materiales frágiles fallan por agrietamiento de las superficies cuando la fuerza de impacto es normal a ellas (ángulo de impacto de  $90^\circ$ ), mientras que los materiales dúctiles sufren grandes acciones de corte al ser sometidos a ángulos de impacto del orden de  $20^\circ$ . Debido a esto, en la industria se debe tener especial cuidado con este ángulo de ataque de las partículas respecto de la superficie, y al estudiar los posibles recubrimientos de todos los componentes mecánicos que puedan sufrir erosión.

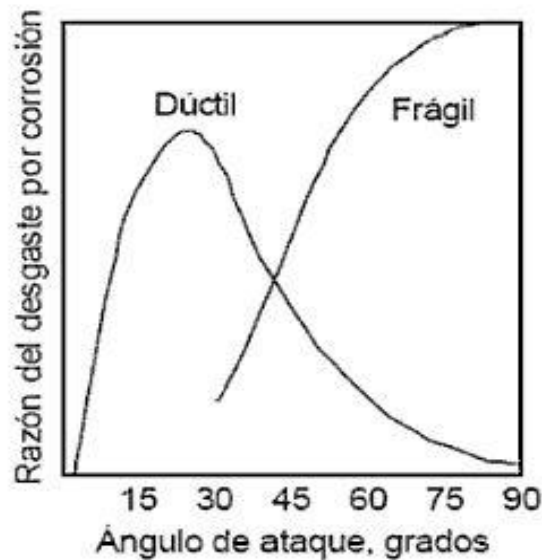


Figura 1.11 Influencia del ángulo de ataque según el tipo de material en la erosión

#### D. DESGASTE POR FATIGA

Este tipo de desgaste está relacionado con la aplicación de cargas cíclicas en el contacto por rodadura o por deslizamiento. Las cargas de deslizamiento o rodadura provocan una deflexión crítica del material superficial que puede desarrollar grietas de fatiga dando como resultado picado y desprendimiento superficial de material.

Cuando la carga de contacto es deslizante las grietas se inician en la superficie y se propagan hacia el núcleo, donde se encuentran y producen el picado. Si la carga es de rodadura, el inicio de las grietas tiene lugar debajo de las superficies, frecuentemente en la zona de transición de superficie dura a núcleo blando, y crecen hacia la superficie causando desprendimiento de material.

Una posible solución a este problema sería dotar a los materiales de un capa endurecida con una profundidad óptima, la cual se consigue por procedimientos de carburación, nitruración o sulfurización. De este modo conseguimos una superficie con alto límite de resistencia en una región vulnerable a la iniciación de grietas.

#### E. DESGASTE POR UN ELEMENTO QUÍMICO ADICIONAL

Los tipos de desgaste expuestos hasta el momento están referidos al desgaste mecánico debido a la interacción de dos cuerpos. A este tipo de desgaste se le puede sumar un desgaste químico, cuya combinación lleva a producir efector sinérgicos dando lugar a pérdidas de material y una degradación superficial mucho mayor que la suma de los efectos de ambos por separado.

En esta ciencia denominada tribología, es habitual hablar de tribocorrosión definida como una reacción química que se produce al aplicar una carga a un contacto de superficies en presencia de un fluido lubricante. En el caso de tener un ensayo tribológico donde haya un contacto en seco entre un punzón duro y una probeta más blanda debido a una carga, se producirá en principio una adhesión que liberará partículas de material blando. Dichas partículas sufrirán un endurecimiento por

deformación plástica, lo que hará que se conviertan en un elemento abrasivo. Si el contacto se produce con un medio lubricante acuoso, las partículas abrasivas se podrían oxidar formando así una interfase con mayor capacidad de desgaste, ya que combina la corrosión con la abrasión. Para que se produzca la tribocorrosión es necesaria la presencia de agua (lubricante) y oxígeno (proveniente del ambiente).

## F. DESGASTE POR CAVITACIÓN

La cavitación es una acción de impacto de fluido que golpea las superficies y no por partículas. Esto se produce por el colapso de las burbujas de vapor contenidas en el fluido cerca de una superficie, que causa chorros de fluido a alta velocidad que golpea la superficie. Las zonas en las que ocurre este fenómeno son aquellas en las que la presión aumenta repentinamente y es entonces cuando las burbujas se colapsan hacia dentro (implosionan) enviando entonces los chorros de fluido a alta velocidad. Como consecuencia de esto se puede producir desprendimiento de parte de la superficie, que puede ser debido a la fragilidad o a la fatiga de la propia superficie.

Los efectos más característicos de este tipo de desgaste son: grietas superficiales, picaduras, agujeros mellados y túneles abovedados; los cuales están enumerados por orden en la Figura 1.12.

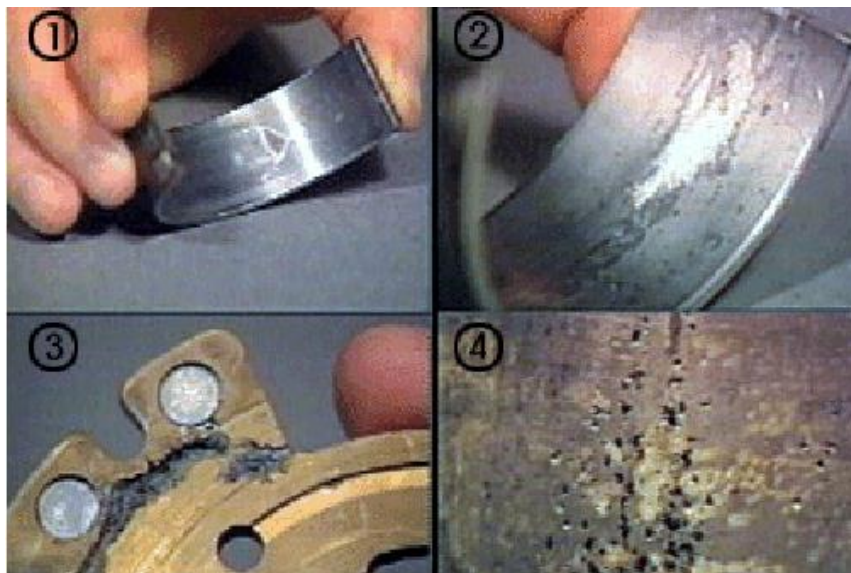


Figura 1.12 Efectos del desgaste por cavitación

## 1.5. Lubricación

La lubricación se define como el proceso de aplicación de una sustancia entre dos superficies móviles que las separe, produciendo una reducción en la fricción y el desgaste de las mismas; permitiendo así el movimiento relativo de ambas. Para poder conseguirlo es necesaria la existencia de una película de lubricante de espesor suficiente. El estudio de la lubricación está relacionado con la Mecánica de Fluidos, la Termodinámica y Transmisión del calor y la mecánica de sólidos.

Los inicios de la lubricación datan de la época egipcia de la construcción de las pirámides, como ilustramos anteriormente. Pero fue a partir de la revolución industrial cuando comenzó su estudio teórico, debido a la fabricación de máquinas con ejes girando a velocidades mayores, lo cual produjo la necesidad de crear cojinetes lubricados para estas nuevas máquinas.

La búsqueda de los lubricantes estuvo muy ligada al desarrollo de la explotación del petróleo, siendo la invención de la destilación en vacío (1886) la que permitió la sustitución de los aceites vegetales tradicionales por lubricantes derivados del petróleo en ciertas aplicaciones.

Una vez ocurrió esto, comenzó la búsqueda de aditivos químicos para mejorar el efecto de los lubricantes. Durante la II Guerra Mundial las reservas de petróleo alemanas se agotaron lo que les obligó a poner especial interés en la producción de lubricantes no derivados del petróleo, investigando sobre aceites sintéticos producidos por combinación química o por construcción de moléculas complejas a partir de otras más simples. Estas investigaciones, que duraron años, tuvieron como resultado los aceites básicos, en su mayoría las polialfaolefinas (PAOs).

Durante las últimas décadas se han podido estudiar los procesos químicos que tienen lugar durante la lubricación gracias a las nuevas técnicas analíticas. Esto ha permitido el diseño de lubricantes dedicados especialmente para ciertas aplicaciones. En la actualidad el desarrollo de los lubricantes está centrándose en el respeto del medioambiente y la reducción del consumo de combustible.

### 1.5.1 Fundamentos de lubricación

Los objetivos principales de la lubricación son aquellos que condicionan la selección de un tipo u otro de lubricante para la aplicación deseada:

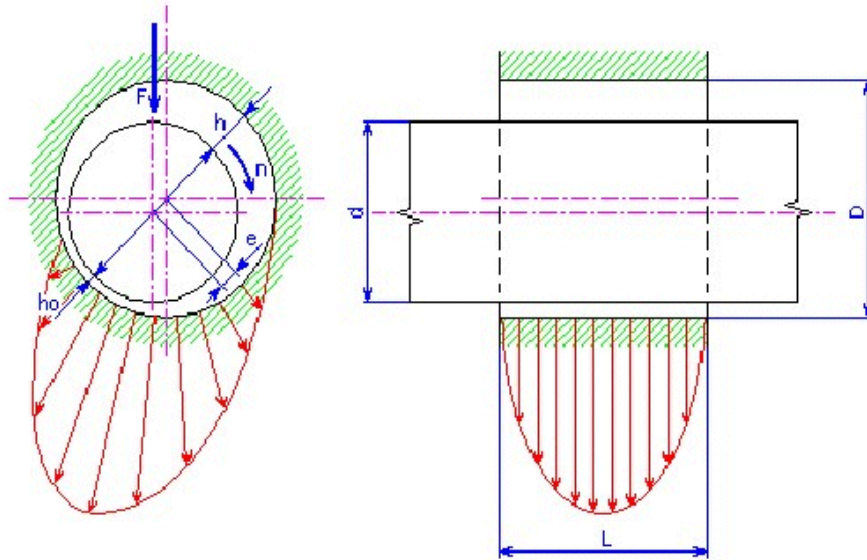
- Control de la fricción
- Control del desgaste
- Control de la temperatura
- Control de la corrosión
- Aislamiento eléctrico
- Transmisión de potencia
- Amortiguamiento de choques
- Remover contaminantes
- Formación de sellos

Como ya hemos indicado, el control de la fricción y el desgaste son las principales, siendo el resto de ellas de mayor importancia en ciertos casos particulares. Habiendo mencionado ya los efectos negativos del desgaste y la fricción nos hacemos una idea sobre la importancia de la lubricación. Sin lubricación la vida útil de cualquier máquina sería muy reducida, con la lubricación inadecuada también sería muy pequeña.

De este modo podemos distinguir diferentes mecanismos de lubricación:

1. LUBRICACIÓN HIDRODINÁMICA (HDL): las superficies lubricadas están separadas por una película de lubricantes que proporciona estabilidad y asegura que no se produzca contacto directo entre ellas. Al arrastrar el aceite se crean zonas de sobrepresión y de depresión, llegando a crearse en un determinado

momento una cuña hidrodinámica a presión que mantiene las superficies separadas sin necesidad de un aporte de presión exterior.

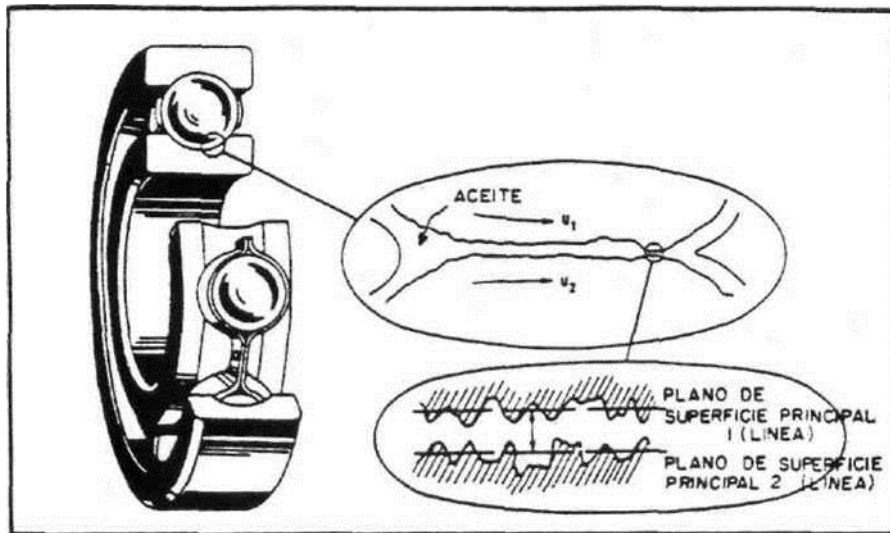


**Figura 1.13 Capa de presión hidrodinámica**

En la figura anterior podemos observar el campo de presiones producido por la capa de lubricante hidrodinámica en el funcionamiento de un rodamiento y su cojinete y las magnitudes que influyen en ella: diámetro del cojinete ( $d$ ), diámetro interior del rodamiento ( $D$ ), excentricidad del cojinete en el rodamiento ( $e$ ), fuerza de carga ( $F$ ), grosor de la capa de lubricación efectiva durante el funcionamiento ( $h$ ), anchura del rodamiento ( $L$ ) y velocidad de cojinete ( $n$ ). El grosor de la capa de lubricación depende de la velocidad del movimiento relativo de las superficies deslizantes (la velocidad del cojinete transversal del rodamiento), de la viscosidad del lubricante y de una fuerza de carga activa.

2. **LUBRICACIÓN ELASTOHIDRODINÁMICA (EHL):** es un tipo de lubricación hidrodinámica donde la deformación elástica de las superficies lubricadas se hace importante y se da en contactos altamente cargados, pudiendo ser lineales (engranajes) o puntuales (rodamientos). A medida que la presión sobre la capa de lubricante aumenta, también lo hace el espesor de la misma, lo cual conlleva un aumento de la presión. De este modo, se crea una película de lubricante que evita el contacto entre los elementos metálicos. El grosor de la película aumenta proporcionalmente con la velocidad debido al poco tiempo que tiene para escapar. Un efecto interesante que se produce es que la resistencia de la película de lubricante no es quien determina el límite de carga del rodamiento, sino que es la propia resistencia de los materiales del rodamiento, esto es debido a que la presión en los puntos de contactos la película de lubricante es más rígida que el metal. Como consecuencia de esto, un aumento de la carga produce una mayor deformación de los materiales y un aumento del área de contacto, y no una disminución del espesor de la capa de lubricante.





**Figura 1.14 Detalle de la capa elastohidrodinámica en un rodamiento de bolas**

3. **LUBRICACIÓN LÍMITE (BL):** Es un tipo de lubricación de película delgada, imperfecta o parcial, generada a partir de aditivos que protegen a las superficies del esfuerzo cortante provocado por la fricción y la abrasión del contacto. La película es tan fina que existe un contacto parcial metal-metal. Este tipo de lubricación sucede bajo cargas altas y/o velocidades bajas. Si a partir de una lubricación hidrodinámica disminuye el caudal de aceite, aumenta la carga o disminuye la velocidad, se puede pasar a lubricación límite. La acción resultante no se explica por la hidrodinámica, sino por la mecánica y la química, teniendo la composición química del lubricante una importancia fundamental: es necesario alto punto de vaporización, moléculas largas con grupo polar y alta adherencia.
4. **LUBRICACIÓN MIXTA:** se trata de una fase intermedia entre la lubricación límite y la hidrodinámica durante la que se produce un importante descenso del coeficiente de fricción.
5. **LUBRICACIÓN HIDROSTÁTICA:** La elevada presión a la que se introduce el lubricante es la encargada de mantener la separación en la zona de contacto. Este tipo de lubricación es apto para velocidades bajas e incluso para el arranque de máquinas.

Para entender el papel de los distintos regímenes de lubricación existe una buena herramienta que es la curva Stribeck. En dicha curva se representa en las ordenadas el coeficiente de rozamiento y en las abscisas el factor denominado número de Hersey:

$$H_s = \frac{\eta \cdot \omega}{p}$$

Donde tenemos:

$\eta$  = Viscosidad dinámica en Pa·s

$\omega$  = Velocidad angular en rpm

$p$  = Presión en Pa

La interpretación de los valores de este parámetro es la siguiente, un número de Hersey alto significa que existe una capa de lubricante relativamente delgada, mientras que un valor bajo del mismo nos indica que la capa es muy fina. Si el valor fuese extremadamente bajo significa que no hay lubricación como tal y la fricción en el contacto es alta.

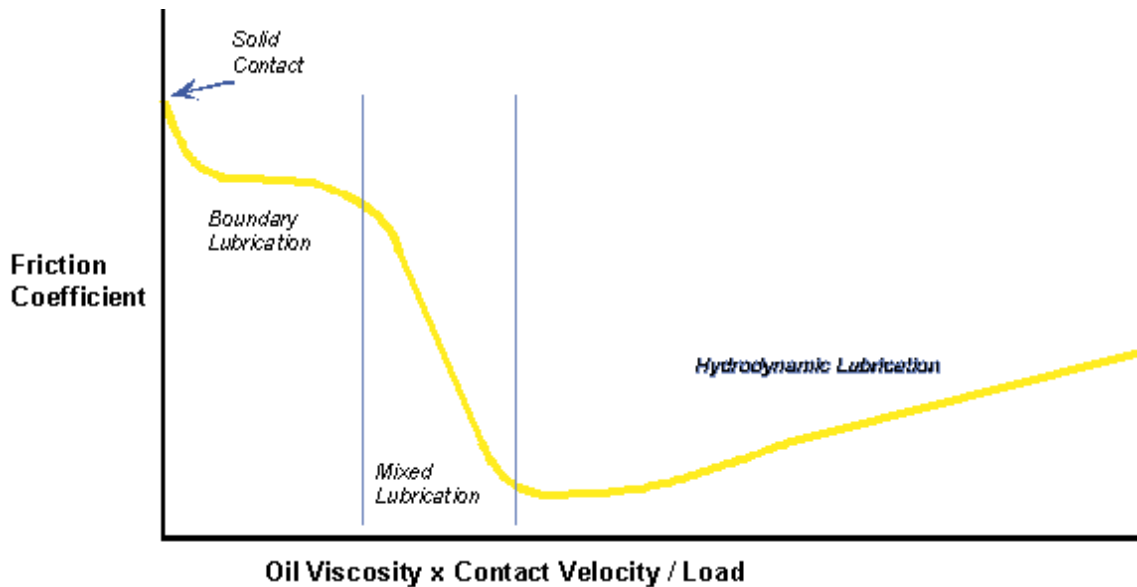


Figura 1.15 Curva de Stribeck

Se puede observar que para la región de lubricación límite (contacto deslizante lubricado), la fricción disminuye a medida que aumenta la velocidad hasta llegar a una región intermedia en la que se produce una película mixta o completa. Tras el drástico descenso de la fricción que se produce en esta zona, el coeficiente de rozamiento puede mantenerse constante, aumentar o disminuir con la velocidad de deslizamiento dependiendo de la viscosidad y de los efectos térmicos. El motivo del aumento de la fricción para esta zona en algunas aplicaciones, como asientos de cojinetes, es atribuido a que se necesita un mayor trabajo para vencer una capa de lubricante mayor de la necesaria.

La siguiente imagen muestra el comportamiento del coeficiente de rozamiento en los diferentes regímenes de lubricación. Los contactos con lubricación límite, a pesar de tener una fricción mayor que los hidrodinámicos, tienen mucha menor fricción que los de superficies sin lubricar.

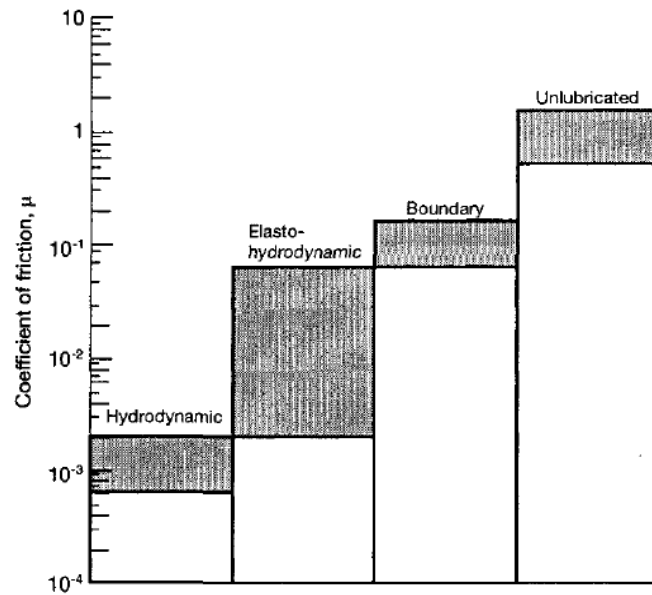


Figura 1.16 Coeficiente de fricción según el régimen de lubricación

## 1.5.2 Propiedades de los lubricantes

### A. Viscosidad dinámica

En 1668 Newton propuso un modelo por el que existe una relación lineal entre el esfuerzo cortante y el gradiente de velocidad desarrollado entre dos capas planas separadas por un fluido. Existe un factor de proporcionalidad que depende de la naturaleza del fluido ensayado. Este factor es la viscosidad dinámica, cuya unidad más empleada es el Poise ( $\text{Dina}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ ). Este trabajo es más conocido como la Ley de Newton de la viscosidad:

$$\tau = \frac{F}{A} = \eta \frac{\delta u}{\delta y}$$

Donde:

$\tau$  = Esfuerzo cortante para desplazamiento positivo

$u$  = Velocidad relativa de desplazamiento

$\eta$  = Viscosidad dinámica

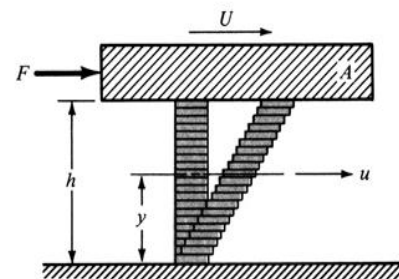


Figura 1.17 Ley de Newton de la viscosidad

Sin embargo, existen ciertos fluidos que no siguen esta ley y que no se comportan siguiendo una relación lineal entre esfuerzo cortante y velocidad, conociéndose dichos fluidos como los no newtonianos.



### ***B. Viscosidad cinemática***

Se trata de una magnitud que relaciona la viscosidad dinámica con la densidad del fluido, quedando definido como sigue:

$$V = \frac{\eta}{\rho}$$

$V$  = Viscosidad cinemática

$\rho$  = Densidad

$\eta$  = Viscosidad dinámica

Esta magnitud se cuantifica midiendo el tiempo que tarda en fluir un lubricante por un estrechamiento previamente calibrado (viscosímetro). La unidad para medirla más empleada es el Stroke ( $\text{cm}^2/\text{s}$ ), y especialmente el cSt.

### ***C. Relación de la viscosidad con la temperatura y la presión***

La influencia de la temperatura sobre la viscosidad depende del estado físico del lubricante (gas o líquido). En el caso de ser gaseoso un aumento de la temperatura conlleva un aumento de la viscosidad, mientras que si es líquido se produce una disminución de la misma. La ecuación que relaciona viscosidad y temperatura es la siguiente:

$$\log \eta = A + \left( \frac{B}{T + C} \right)$$

Siendo A, B y C constantes particulares para cada líquido y T la temperatura.

La Society of Automotive Engineers (SAE) diseñó una escala de clasificación de los aceites muy empleada mundialmente. Al ser dependiente la viscosidad de la temperatura, cada medida de viscosidad cinemática es acompañada por la temperatura a la que se ha medido. Además de la SAE, también se emplean otras escalas como la ISO. El índice de viscosidad es un parámetro que determina la magnitud de la variación de la viscosidad frente a cambios de temperatura. Cuanto más alto es el índice de viscosidad de un aceite, menor es la pérdida de viscosidad con la temperatura.

Como vemos, es fundamental controlar y medir la temperatura a la cual va a trabajar un equipo ya que va a ser un factor determinante en la viscosidad del lubricante, y la viscosidad es la característica más importante de la lubricación de cualquier máquina. Si la viscosidad del aceite es muy baja para la aplicación, el desgaste es mayor por falta de colchón hidrodinámico. Por el contrario, si la viscosidad del aceite es demasiado alta, el consumo de energía es mayor y el desgaste también por falta de circulación.

Solamente la viscosidad correcta maximizará la vida útil y la eficiencia del motor, transmisión, sistema hidráulico o lo que sea la aplicación.

La presión tiene una influencia muy inferior que la de temperatura. El aumento de presión en un aceite ocasiona un ligero aumento de la viscosidad según la ecuación:

$$\eta = \eta_0 * e^{\alpha P}$$

Donde:

$\eta_0$  = Viscosidad dinámica a presión atmosférica

$\alpha$  = Coeficiente de viscosidad/presión

P = Presión

#### ***D. Untuosidad***

Cuando cesa el caudal de lubricante, lo único que sigue lubricando el contacto es la película de aceite que ha quedado adherida a las superficies en contacto. La capacidad de un lubricante de adherirse a una superficie se denomina untuosidad, y está vinculada a la presencia de moléculas con fuerte grupo polar (alcoholes o ácidos). Algunos aditivos mejoran esta propiedad, es el caso de los aditivos Extrema Presión (EP).

#### ***E. Otras propiedades***

- ✓ Volatilidad: Es un parámetro a tener en cuenta ya que un lubricante que no sea volátil es más compatible con el medio ambiente porque se producen menos emisiones. Por otra parte una volatilidad alta aumenta el consumo de lubricante debido a las pérdidas del mismo por evaporación.
- ✓ Biodegradabilidad: Es la capacidad de descomposición de una sustancia bajo condiciones ambientales por medios naturales como bacterias, hongos, plantas o animales, que generan energía empleando la materia en descomposición como sustrato. Los hidrocarburos, por ejemplo, se descomponen en dióxido de carbono y agua, pero no todos en la misma medida. Los principales factores que influyen en la biodegradabilidad de un lubricante son la viscosidad, la influencia de la luz solar, el PH, la presencia de sales minerales y nitrógeno y la solubilidad en agua. Todas estas variables influyen notoriamente en la duración del proceso de descomposición. La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA) propuso uno de los test de biodegradabilidad más empleados internacionalmente, junto los de CEC, OECD y ASTM.
- ✓ Punto de inflamación: Es la temperatura mínima a la cual la evaporación del lubricante origina una mezcla inflamable de vapores y aire. En algunas aplicaciones tiene más importancia que en otras, por ejemplo, en una instalación en la que se manejen combustibles es de vital importancia que el lubricante no sea inflamable.
- ✓ Calor específico: Es la capacidad de absorción de calor que tiene un lubricante. Si se generan altas temperaturas en el contacto es necesario poder evacuar ese calor generado para reducir el desgaste.

- ✓ Toxicidad: Es un condicionante de la legislación actual europea que los lubricantes no sean tóxicos. Esta misma legislación exige cierta biodegradabilidad y reciclaje.

### 1.5.3 Composición de los lubricantes.

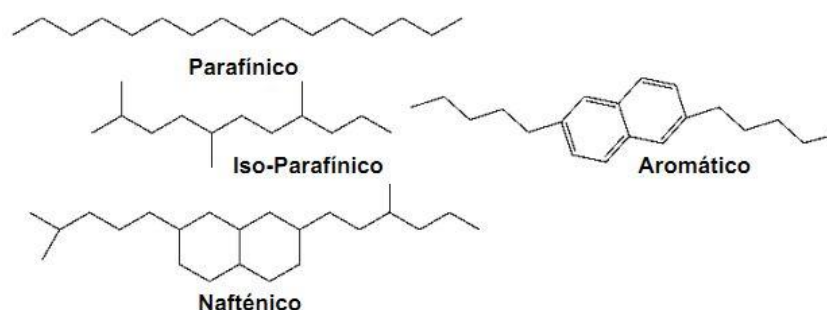
Los aceites lubricantes están formados principalmente por dos elementos básicos:

1. Aceite base: forma entre el 70% y la totalidad del lubricante siendo el responsable de la mayoría de las características del mismo. En el pasado se consideraban como simples portadores de aditivos, pero con el avance de la tecnología se ha ido cambiando esta visión y en la actualidad los aceites base se seleccionan cuidadosamente para obtener un producto final de óptima viscosidad y buena interacción con los aditivos al mínimo coste posible.
2. Aditivos: son añadidos a los aceites base para mejorar las propiedades del lubricante y desempeñan un papel fundamental en la elaboración de los mismos para determinadas aplicaciones. El porcentaje en peso de los aditivos puede variar entre el 1 y el 2% en lubricantes industriales, y llegar hasta el 20% en los actuales lubricantes de motores.

La división de los aceites base según su procedencia los agrupa en tres categorías:

1. Aceites naturales: dentro de este grupo podemos encontrar aceites de origen animal, vegetal y mineral. Los dos primeros fueron los más usados en el pasado por los humanos, pero a partir del comienzo de la explotación petrolera y el desarrollo de los procesos de destilación, los aceites minerales han sustituido a los vegetales y animales, en lo que respecta al sector industrial. La composición de los aceites minerales está formada principalmente por hidrocarburos e impurezas, y dependiendo de la procedencia del crudo se distinguen dos tipos principales.
  - Parafínicos: sus buenas propiedades generales los convierten en los más comunes. Se caracterizan por largas cadenas de hidrocarburos con algunas ramificaciones. La mayor parte de las estructuras cíclicas, anillos aromáticos y moléculas que contienen sulfuros, nitrógenos y oxígeno, se eliminan durante el proceso de refinado. La viscosidad final del producto es elevada, entre 90 y 100, con muy poca sensibilidad a la temperatura.
  - Nafténicos o aromáticos: son los aceites base más empleados para aplicaciones a baja temperatura, debido a sus buenas propiedades en estas condiciones. Las principales aplicaciones en las que se usan son compresores de refrigeración y también en transformadores eléctricos y equipos de conmutación gracias a sus propiedades dieléctricas. Otros usos que se le dan son el empleo como fluidos de corte de metal, caucho, procesamiento de plásticos y compresores de aire. Sus cadenas son más cortas y hay mayor presencia de anillos cíclicos. La principal desventaja es el

alto índice de viscosidad medio (entre 40 y 70) y la pobre estabilidad a la corrosión, lo cual se debe a que el oxígeno puede atacar a los anillos cíclicos y moléculas que contienen sulfuro, nitrógeno y oxígeno dando lugar a la formación de ácidos indeseados. La polaridad de estos aceites da lugar a una elevada solubilidad que puede provocar problemas en los materiales con los que está en contacto.



**Figura 1.18** Cadenas esquemáticas de los distintos tipos de aceites base minerales

El principal inconveniente de los aceites base de origen mineral es que al proceder del petróleo están involucrados en las continuas subidas y bajadas de precios y, ante todo, el daño que producen como derivados del crudo en el medio ambiente debido a la presencia de sulfuros y otros compuestos volátiles.

2. Aceites sintéticos: se consiguen a partir de distintos tipos de pequeñas especies químicas obtenidas de aceite de crudo que posteriormente se juntan para formar moléculas de un producto final que ha sido diseñado previamente y del que se esperan unas propiedades predecibles. Representaban el 7% del mercado mundial de lubricantes en 2004, pero se prevé que esta cifra llegue al 10% en 2015. La principal desventaja de estos aceites base es su elevado precio en comparación con los minerales.

La principal ventaja de estos aceites es su exclusividad, debido a la posibilidad de diseñarlos para usos específicos con resultados excelentes en sus propiedades y una mayor compatibilidad con el medio ambiente. Ciertas propiedades mejoradas respecto a los aceites minerales son la mayor estabilidad a la oxidación, un descenso de la temperatura de vertido y mejoras del índice de viscosidad. Los aceites sintéticos más usados son las polialfaolefinas (PAO), empleados para motores de automoción, hidráulicos, cojinetes y compresores de tornillos; así como los distintos tipos de ésteres sintéticos. Estos últimos son menos nocivos para el medio ambiente que los PAO's, y ofrecen una mayor adherencia que los aceites minerales debido a su momento dipolar más fuerte. Una práctica habitual es incluir ésteres en las polialfaolefinas.

Respecto a los segundos componentes de los lubricantes, los aditivos, son componentes químicos que se añaden a las bases lubricantes para poder obtener ciertas propiedades especiales a los aceites, pudiendo mejorar las que tienes o dotándolos de nuevas. Desde el inicio de su uso, en los años 20, el aumento del empleo de los aditivos ha crecido notablemente.

El uso de los aditivos no significa que un lubricante tenga vida infinita. El paso del tiempo hace que el aceite se oxide y su efectividad irá disminuyendo hasta que comience a agotarse, aumente su viscosidad y el desgaste producidos y los ácidos corrosivos comiencen a atacar las superficies de contacto. El aspecto que mejora un correcto uso de los aditivos es el rendimiento del lubricante y un aumento de su vida útil. Los distintos tipos se resumen en la tabla.

Protectores de la superficie metálica	Protectores del aceite	Realzadores del rendimiento del aceite
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Detergentes</li> <li>• Inhibidores de corrosión y óxido</li> <li>• Anti-desgaste</li> <li>• Presión externa</li> <li>• Aditivos sólidos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Anti-oxidantes</li> <li>• Agentes anti-espuma</li> <li>• Desactivadores metálicos</li> <li>• Dispersantes</li> <li>• Agentes anti-microbianos</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Elevadores del índice de viscosidad</li> <li>• Depresores del punto de vertido</li> <li>• Agentes selladores de hinchamiento</li> <li>• Adhesivos</li> <li>• Emulsionantes</li> <li>• Desemulsionantes</li> <li>• Modificadores de fricción</li> </ul>

**Tabla 1.2 Efectos de los aditivos a los lubricantes**

#### 1.5.4 Grasas y aceites. Aplicaciones

La lubricación de los rodamientos supone una importante parte del total de aplicaciones que necesitan lubricantes para su funcionamiento. Cualquier máquina que contenga un eje que gira necesita un elemento de apoyo que además permita su movimiento. Este elemento es el rodamiento o cojinete, pudiendo ser de distintos tipos según su funcionamiento, el cual necesita la presencia de un lubricante para su correcto funcionamiento ya que es imprescindible reducir la fricción al máximo para conseguir un alto rendimiento de la máquina y así no perder demasiada potencia. La lubricación de los rodamientos se puede efectuar mediante grasas o aceites. Para elegir la opción más adecuada se deben tener en cuenta las siguientes consideraciones.

El empleo de las grasas es más adecuado cuando:

- El enfriamiento no es un factor importante
- Se producen choques de cargas
- La velocidad de giro del cojinete es relativamente baja
- Uso intermitente del cojinete (paradas, arranques o cambios de sentido de giro)
- Una fuga pueda provocar problemas de seguridad, salud o medioambientales
- Existe necesidad de simplificar los diseños o evitar el empleo de tuberías

Los aceites son mejores candidatos si:

- Es necesaria la circulación de aceite para disipar el calor en el cojinete
- Las velocidades de giro son medias o altas
- Es importante eliminar contaminantes como desechos, suciedad o agua
- Es necesaria su presencia porque otros elementos mecánicos lo necesitan

## 1.6. Líquidos iónicos

Los líquidos iónicos (LI) son sales cuya temperatura de fusión está por debajo del punto de ebullición del agua, aunque se suele concretar esta definición como sales que se encuentran en estado líquido a temperatura ambiente, al contrario que las sales tradicionales que suelen encontrarse en estado sólido a esa temperatura, como la sal común o cloruro de sodio (NaCl) que funde a 801 °C.

La historia de los líquidos iónicos comienza en 1924 cuando Walden identificó y caracterizó por primera vez una de estas sales.

En 1992 Wilkes y Zaworotko consiguieron la primera síntesis de un líquido iónico tolerante a la humedad basado en el anión tetrafluoroborato. Este descubrimiento, junto con las excelentes propiedades físico-químicas que se les atribuyen, ha llevado a un aumento del interés de la comunidad científica por este tipo de compuestos.

La estructura molecular de un líquido iónico consiste en un catión orgánico y un anión unidos por un enlace iónico y mal empaquetados, lo cual es la causa del hecho de presentarse en estado líquido a temperatura ambiente. Su principal ventaja es la posibilidad de diseñarlos para la aplicación específica que se les vaya a dar, pudiendo elegir el catión y el anión, y por tanto, las características del líquido iónico final. Como ejemplo, si queremos un líquido iónico con buenas propiedades lubricantes la elección más acertada sería un anión que proceda de aceites o jabones.

Los líquidos iónicos pueden ser divididos en dos grupos: líquidos iónicos apróticos (AILS) y líquidos iónicos próticos (PILs).

Los líquidos iónicos próticos (PILs) están formados por la combinación estequiométrica de un ácido de Bronsted y una base de Bronsted. Los PILs pueden suponer una alternativa a los LIs derivados de imidazolio con aniones conteniendo flúor (que se descomponen dando HF), dada su facilidad de obtención, su bajo coste y su baja toxicidad, a la vez que mantienen la capacidad para desarrollar propiedades a medida combinando distintos aniones y cationes, y variando la longitud de las cadenas laterales.

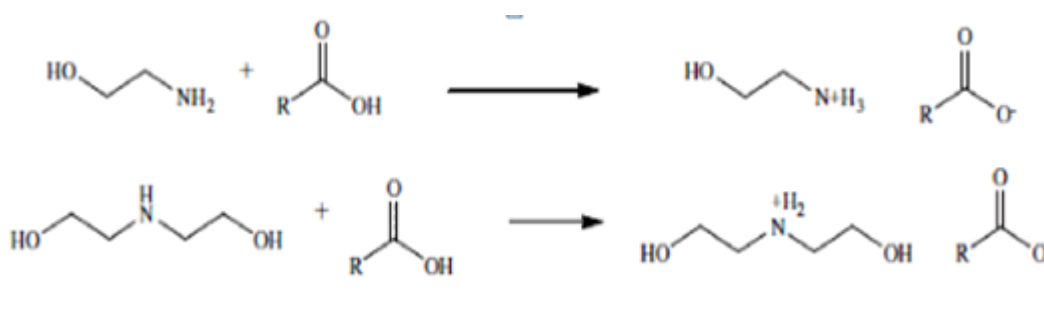


Figura 1.19 Formación de líquidos iónicos próticos y apróticos

Este tipo de compuestos son fáciles de sintetizar y purificar y su coste de preparación es relativamente bajo.

La presencia de protones con una elevada movilidad los hace interesantes en numerosas aplicaciones. En concreto, pueden ser utilizados como lubricantes, lo que es objeto del presente trabajo. Dentro de esta aplicación es muy interesante que muchos de ellos son solubles en agua. Hasta ahora, los resultados han mostrado que pueden inhibir la corrosión y que sus prestaciones como lubricantes de materiales magnéticos pueden ser superiores a las de perfluoropoliéteres (PFPEs).

El Grupo de la Universidad de Santiago de Compostela ha desarrollado diferentes PILs con diferentes cationes amonio y diferente longitud de cadena R en el anión. Se está estudiando su uso como aditivos lubricantes tanto en agua como en lubricantes sintéticos en distintos contactos metal-metal y cerámico-metal.

Por otro lado, Iglesias ha evaluado propiedades como la densidad, la velocidad ultrasónica, la conductividad iónica, el índice de refracción, la viscosidad y la tensión superficial de algunos PILs ya que en la literatura no se dispone todavía de valores de estas propiedades. También han estudiado la actividad catalítica y el reciclado de algunos de estos líquidos. Se ha demostrado que al aumentar la temperatura se disminuyen las interacciones entre iones y se obtienen valores más bajos de densidad, velocidad ultrasónica, viscosidad, tensión superficial e índice de refracción pero aumenta la conductividad.

Además, la cadena orgánica entre los iones que forman los LIs tiene un fuerte efecto sobre las propiedades físico-químicas. Teniendo en cuenta las investigaciones experimentales que se están realizando y las características comentadas anteriormente (bajo coste y facilidad de síntesis), existe un gran interés en el uso de estas sales para aplicaciones industriales por lo que va a ser otra de las líneas de investigación del presente trabajo.

Las aplicaciones en las que se usan los LI son muy diversas. En un principio eran usados como electrolitos en baterías y para electrodeposición. Hoy en día, la aplicaciones de los líquidos iónicos abarcan un amplio rango desde lubricantes, fluidos de transferencia calórica o líquidos magnetoreológicos hasta su empleo como disolvente en síntesis química siendo compatibles con el medio ambiente.

### 1.6.1 Propiedades físico-químicas

La cantidad de combinaciones posibles de aniones y cationes es tan elevada que es muy difícil generalizar las propiedades de los líquidos iónicos, tanto los ya sintetizados como los que aún están por sintetizar. El número de combinaciones de iones posible está alrededor de  $10^8$  para diseñar los líquidos iónicos[2], pero aun así tienen ciertas características comunes que comparten la mayoría de ellos.

### A. Punto de fusión

Esta propiedad es la que identifica a este tipo de sales como líquidos iónicos, y en general su punto de fusión es bajo, muy por debajo del resto de sales tradicionales. Su valor debe estar concretamente por debajo de los 100°C para considerarlos con LI. No existe una teoría concreta para la variación del punto de fusión en los diferentes casos, pero algunos de los factores que influyen a esta propiedad son los siguientes:

- A medida que aumenta el tamaño del catión o anión el punto de fusión a temperatura ambiente disminuye [4].
- La longitud de la cadena del catión también afecta al punto de fusión de manera inversa, es decir, a mayor longitud de cadena menor punto de fusión [4].
- La simetría ayuda a que los iones encajen de manera más eficiente y esto conlleva un aumento del punto de fusión.

Esta propiedad puede ser modificada de diversas maneras. Un estudio reciente demuestra que la presencia de CO<sub>2</sub> a elevadas presiones (de 50 a 150 bar) provoca un descenso considerable del punto de fusión (unos 35°C). Otra forma de reducirlo es formar una mezcla eutéctica añadiendo otra sal.

### B. Volatilidad

La mayoría de los líquidos iónicos no son volátiles, característica que los hace compatible con el medio ambiente para ciertas aplicaciones, ya que se evitan las emisiones nocivas. El límite de existencia por su parte superior de los líquidos iónicos la marca su temperatura de descomposición. De este modo, el estado líquido de los líquidos iónicos lo marca el rango de temperaturas entre el punto de fusión y el de descomposición. Como ejemplo, tenemos el 1-aquil-3-metilimidazolio que pasa de cristal a líquido entre los -70, -90°C y su temperatura de descomposición se sitúa entre 250 y 400°C.

### C. Conductividad térmica y eléctrica

Los líquidos iónicos poseen una alta conductividad eléctrica como una consecuencia natural de su estructura química de iones y cationes unidos por enlace iónico. Por lo general toma un valor por encima de 100 mS·cm<sup>-1</sup>. Existen ciertos estudios que demuestran una relación proporcional entre la temperatura y la conductividad eléctrica [4].

La cantidad de energía necesaria para aumentar la temperatura de un líquido iónico en un grado es del orden de la mitad que se necesita para hacerlo en el agua. Esto se debe a que los calores específicos de los líquidos iónicos están en torno a 1.6 y 2.1 J·g<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>, mientras que el del agua es 4.186 J·g<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>. Este hecho unido al amplio rango de temperaturas en estado líquido han contribuido al estudio para su uso en aplicaciones como fluidos de transferencia de calor, como por ejemplo en colectores solares [5]. Otra aplicación que se ve beneficiada por esto es la lubricación, ya que la evacuación de calor debida a la fricción es necesaria.



## D. Viscosidad y densidad

Los valores de la viscosidad en los líquidos iónicos van desde 10 a 500 cP, y los factores que afectan a esta propiedad son:

- Longitud de cadena, relación proporcional con la viscosidad
- La presencia de agua o disolventes orgánicos disminuye la viscosidad
- La presencia de cloruros la aumenta
- Al aumentar la temperatura también lo hace la viscosidad[6]

La elección de los componentes que van a formar parte del líquido iónico es algo fundamental para controlar las propiedades y comportamiento que este tendrá, y más aún en nuestro proyecto, donde la viscosidad juega un importante papel en la lubricación.

La densidad suele ser mayor que la del agua, tomando un valor entre 1.12 y 2.4 g·cm<sup>-3</sup>. Esta propiedad no está muy influenciada por la variación de la temperatura.

## E. Solubilidad y miscibilidad

Una de las características de los líquidos iónicos es el amplio rango de solubilidad y miscibilidad que presentan. Son muy útiles como disolventes de reacciones químicas y para la separación y extracción de materiales de disoluciones y mezclas, debido a que algunos de ellos son capaces de disolver tanto componentes iónicos como covalentes.

Los factores que afectan a la capacidad de disolver una sustancia de un líquido iónico son la polaridad y la habilidad de coordinación de sus iones. Algunos elementos que son solubles en líquidos iónicos son el dióxido de carbono, benceno, hidratos de carbono o antibióticos.

Atendiendo a la miscibilidad del líquido con el agua se puede diferenciar entre líquidos hidrofóbicos, empleados para procesos bifásicos, y líquidos higrómetros, solubles en agua normalmente. La miscibilidad con el agua viene determinada, como clave principal, por la coordinación de los iones en un líquido iónico. Aquellos con aniones básicos, como Cl<sup>-</sup> y [NO<sub>3</sub>]<sup>-</sup>, son muy coordinados, mientras que los ácidos, como [Al<sub>2</sub>Cl<sub>7</sub>]<sup>-</sup>, presentan una capacidad de coordinación baja que provoca un aumento de la hidrofobicidad. Al mismo tiempo, los cationes también son usados para controlar la miscibilidad, esto se consigue controlando la longitud de la cadena alquilo en los cationes, como el imidazolio, siendo menos miscibles en agua al aumentar la misma. Otro factor influyente en la miscibilidad es la temperatura, cuyos incrementos hacen que los líquidos iónicos sean más miscibles en agua.

## F. Polaridad

Al estar formados por iones los líquidos iónicos se consideran generalmente como sustancias polares, estando cargados eléctricamente como consecuencia. En general son disolventes polares, como el agua, siendo mejores que los orgánicos para disolver solutos cargados, como sales metálicas. Pero los LI pueden disolver tanto solutos polares como no polares, lo que los convierte en disolvente con un gran potencial.

Las formas de determinar la polaridad han sido muy diversas. Ciertos estudios se han basado en la medida de la constante dieléctrica estática ( $\epsilon$ ), que es un parámetro físico

macroscópico, el cual se ha demostrado que se puede medir para los líquidos iónicos. Los resultados obtenidos han clasificados a los LI como disolvente moderadamente polares. El valor de su constante dieléctrica se encuentra entre 8.8 y 15.2, reduciéndose este valor con el aumento de la cadena alquílica.

El nitrobenzeno, líquido formado por moléculas no polares, tiene una constante dieléctrica relativamente baja. Sin embargo, aquellos líquidos con enlaces de hidrógeno presentan valores muy altos de este parámetro, como por ejemplo, el agua.

## G. Inflamabilidad

En su gran mayoría, los líquidos iónicos no son sustancias inflamables. Esto hace que sean adecuados para su uso en aplicaciones con ambientes peligrosos, como manejo de combustibles.

### 1.6.2 Aplicaciones

Las propiedades anteriormente enunciadas hacen a los líquidos iónicos interesantes para algunas aplicaciones en la industria, tanto químicas, como físicas. Algunas de ellas son:

- Disolventes para síntesis orgánicas. Su extremadamente baja volatilidad los ha convertido en disolvente “verde” debido a que su uso no crea impacto ambiental. La eliminación del disolvente en un proceso de síntesis es fundamental, debido a que este no forma parte en sí mismo del producto final, y los LI permiten esta eliminación final mediante diferentes métodos, pero permaneciendo estables hasta ese momento. Algunos de estos métodos son las tecnologías de extracción supercrítica para recuperar los componentes orgánicos disueltos o usar procesos de membrana de separación. Por otra parte, el hecho de poder ser diseñados previamente en un laboratorio permite que sean empleados para algunas necesidades de sintetización concretas. Pero además de la mejora medio ambiental, los resultados de los LI generalmente igualan o mejoran los resultados que ofrecen los disolventes orgánicos [1].
- Fluidos de transferencia calorífica. La estabilidad térmica y la gran capacidad de absorción de calor que tienen los han convertido en un fluido de transferencia de calor empleado para algunas aplicaciones como placas solares [6].
- Industria electroquímica. La amplia ventana de potencial electroquímico y la buena conductividad eléctrica (hasta 4 V y 10 mS·cm<sup>-1</sup> respectivamente) de los LI, así como el amplio rango de líquido y la habilidad para la solvatación de compuestos han provocado su uso como electrolitos de baterías, células de combustible, etc. Se ha demostrado que los LI miscibles con agua pueden tener una aplicación importante en campos como la electrocatálisis y la síntesis bioelectroquímica, así como para fabricar electrolitos compuestos de LI/polímero.
- Química analítica. Los primeros estudios de utilización de los líquidos iónicos en cromatografía de gases datan de finales de la década de 1990. Además han

sido empleados en cromatografía líquida (HPLC) y electroforesis.

- Lubricación. Además de ser una de las aplicaciones más investigadas de los LI, es la que se estudia en este proyecto. Por ello se ampliará en el siguiente apartado.
- Plastificantes. La necesidad de plastificantes con propiedades térmicas y de volatilidad mejoradas, que puedan ser usados a baja temperatura ha motivado la investigación de los LI en este campo, encontrándose buenos resultados para el PMMA (polimetilmetacrilato).
- Cristales líquidos. Aunque se han identificado numerosas moléculas termotrópicas, sólo se han estudiado un número limitado de estructuras cristalinas de los LI.
- Membranas líquidas soportadas (SLM). Las SLM son un tipo único de membranas de sólidos porosos impregnadas con líquido. Sin embargo, tienen problemas de pérdidas del líquido por vaporización o disolución que quedan eliminados al usar los LI.
- Dispersantes y tensoactivos. En general, se han utilizado LI “no-convencionales” como aditivos en la formulación de sistemas de recubrimientos.
- Biosensores. Se ha demostrado recientemente que diversos LI de imidazolio, usados ampliamente en otras aplicaciones, tienen un gran potencial como disolventes biosensores para sustancias poco solubles en agua como los pesticidas, fungicidas y drogas ilícitas.
- Reprocesamiento de combustible nuclear. El cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio ha sido investigado como un electrolito no acuoso para recuperar uranio y otros metales del combustible nuclear gastado.
- Combustible para reactores de uso espacial. La naturaleza de los LI está siendo investigada para desarrollar nuevos materiales con alta densidad de energía que puedan ser usados como monopropulsores líquidos para cohetes.
- Manejo de gases. Algunas empresas emplean líquidos iónicos en lugar de cilindros presurizados como medio de transporte para gases reactivos. Los gases son disueltos en los líquidos en, o por debajo de la presión atmosférica y son fácilmente retirados de los contenedores mediante la aplicación de vacío. Otra empresa aprovecha la baja solubilidad del hidrógeno en los LI para comprimir el gas hasta 450 bares en estaciones de repostaje de hidrógeno mediante un compresor de pistones, que se puede ver en la siguiente imagen, que utiliza un líquido iónico. El gas se comprime en el cilindro por las subidas y bajadas de la columna de LI.
- Fluidos magnetoreológicos. Se trata de fluidos que responden a la acción de campos magnéticos con un cambio en su aspecto físico. Generalmente han sido

empleados como fluidos magnetoreológicos dispersiones de micropartículas magnéticas en un fluido de transporte. Pero en 2004 se conoció por primera vez el uso de un LI como fluido magnetoreológico. En la siguiente imagen podemos ver como un líquido iónico cambia de color a anaranjado en la zona cercana al contacto con un imán.

- Mineralogía. La síntesis de LI con índices de refracción mayores de 1,4 permite su uso como fluidos de inmersión para el examen de las inclusiones en gemas y minerales.
- Des-sulfurización de fuel oil. Los líquidos iónicos están siendo estudiados como desulfurizadores del fuel oil, como los líquidos iónicos basados en el tiazolio realizados por Chen, Liu y Yuan [9], similares a los que se van a ensayar en este proyecto. Se han sintetizado cuatro líquidos iónicos derivados del catión tiazolio, 3-butil-4-metiltiazolio dicianamida, 3-butil-4-metiltiazolio tetrafluoroborato, 3-butil-4-metiltiazolio tiocianato, 3-butil-4-metiltiazoliohexafluorofosfato, para investigar su capacidad extractiva para eliminar el tiofeno (TS) y el dibenzotiofeno (DBT).

### 1.6.3 Lubricación con líquidos iónicos

Todas las propiedades que se han expuesto anteriormente son las responsables de que los líquidos iónicos se hayan considerado como una alternativa a los lubricantes tradicionales en aplicaciones como sistemas de refrigeración o en la micro-nanotecnología. Desde el punto de vista de la lubricación, las propiedades a destacar de los LI son su casi inexistente presión de vapor, el bajo punto de fusión, la elevada estabilidad térmica, no son inflamables y el gran número de compuesto con los que son miscibles, en especial los orgánicos.

El desarrollo de los líquidos iónicos como lubricantes comenzó en 2001, con el trabajo encabezado por Liu, donde se estudiaron diferentes tipos de contactos como acero/acero, acero/aluminio, acero/cobre o acero/SiO<sub>2</sub>, con la utilización de tetrafluoruros de imidazolio obteniendo una reducción de la fricción muy buena. Desde entonces el interés de la comunidad científica por este campo ha ido creciendo de forma considerable. Estudiando la lubricación con líquidos iónicos próticos y apróticos en contactos como el de cobre – cobre [14].

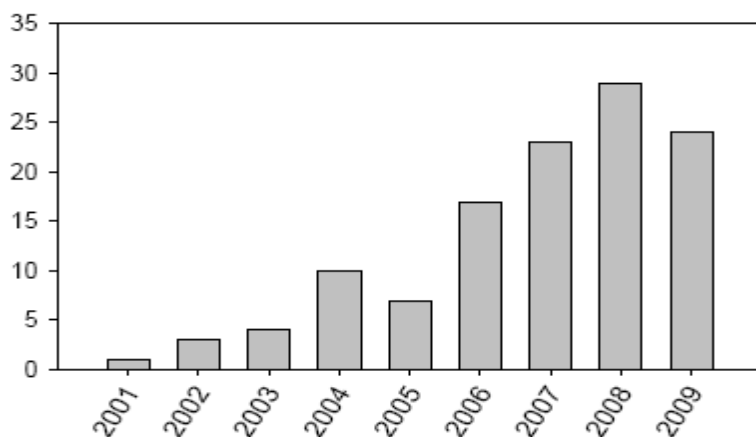


Figura 1.20 Evolución de las publicaciones de artículos sobre el uso de LI como lubricantes

Los primeros trabajos publicados señalaban que la buena capacidad de los líquidos iónicos como lubricantes se debía a las interacciones superficiales y los procesos tribológicos que se desarrollaban en la interfase. La formación de una capa límite efectiva es posible gracias a la estructura dipolar característica de los LI, la cual permite su fácil adsorción por parte de las superficies de deslizamiento. La adsorción de moléculas del LI y la formación de capas superficiales que contienen  $B_2O_3$  y BN fue visualizada mediante microscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS). La existencia de enlaces de hidrógeno en la superficie podría reforzar la adsorción físico/química de los LI. Se demostró en tiempo real la formación de  $FeF_2$  mediante una reacción triboquímica entre el 1-etil-3-metil-imidazolio tetrafluoroborato y acero a temperatura ambiente.

El resumen de las ventajas e inconvenientes de los líquidos iónicos como lubricantes fue determinado por Bhushan y Palacio [7], y son las siguientes:

- Ventajas:
  - Adaptación de las propiedades físicas y químicas a través de la selección del catión y el anión.
  - Algunos LI, especialmente los que tienen aniones hidrofóbicos, son químicamente estables.
  - La baja presión de vapor evita la emisión de humos tóxicos.
  - La mayor parte de los LI no son inflamables.
  - No emiten componentes orgánicos volátiles (lubricantes ‘verdes’).
  - Son buenos conductores eléctricos y térmicos.
  - Son de bajo coste en comparación con los lubricantes sintéticos orgánicos.
- Desventajas:
  - La investigación de propiedades tribológicas es muy difusa debido a la gran diversidad de LI.
  - Algunos son sensibles a la humedad, dando lugar a posibles problemas de descomposición.
  - La generación de subproductos tóxicos, especialmente los de aniones halógenos, puede corroer la superficie.
  - Algunos productos de descomposición generados durante el calentamiento pueden ser inflamables o combustibles.
  - La toxicidad medioambiental de los LI aún es profundamente desconocida.

En cuanto a la corrosión, M<sup>a</sup> Dolores Bermúdez y Ana Eva Jiménez demostraron que la longitud de cadena del catión sustituyente influye en la corrosión [8]. Para los LI con el catión 1-alkil-3-metilimidazolio, la presencia de cortos grupos alquílicos aumenta la polaridad superficial, lo que aumenta la susceptibilidad al desgaste y la corrosión de las superficies de aluminio y acero que investigaron. La composición química del anión también ha sido observada como influencia en la propensión del LI hacia reacciones químicas perjudiciales. La corrosión es prevalente en sustratos metálicos cubiertos con LI ricos en flúor.

Hasta la fecha se conocen dos formas de reducir la corrosión. Una es a través de la selección de aniones más hidrofóbicos para reducir la hidrólisis. Otra forma es la incorporación de aditivos anti-corrosivos como el benzotriazol (BTA), que ha sido ensayado con resultados positivos por algunos científicos.

En cuanto a la toxicidad, el principal problema radica en el desconocimiento de su potencial contaminante. A pesar de que los LI no se evaporan, y por lo tanto no pueden provocar contaminación a la atmósfera, la mayoría de ellos son miscibles en agua y pueden entrar en un ambiente acuático por un derrame accidental. Algunos de los LI más conocidos, como son  $[\text{bmim}][\text{PF}_6]$  y  $[\text{bmim}][\text{BF}_4]$ , se descomponen en presencia de agua formando ácidos fluorhídrico y fosfórico. Algunos estudios han determinado que la presencia de LI puede ser peligrosa para algunas células, organismos y microorganismos. Organismos como caracoles de agua dulce, ratas, peces (pez cebra), expuestos a algunos LI basados en cationes imidazolio y pirimidina han presentado alteraciones estructurales y bioquímicas. Por ello, y debido a la enorme variedad de LI posibles, es necesario estudiar caso por caso y ser cauteloso en su utilización y precauciones de seguridad.

Por lo que respecta al coste, los autores más destacados aún no se han puesto de acuerdo. Un kilogramo de LI costaba inicialmente unas 30.000 veces más que uno de acetona, pero algunos autores como Wagner y Uerdingen defendieron el bajo coste de los LI afirmando que la producción industrial en gran volumen de sistemas catiónicos basados en imidazolio estaría en el rango de 50-100 €/Kg. Wassersheid y Haumann calcularon que el precio de líquidos iónicos ‘a granel’ en producción de órdenes de toneladas con una elección económica de catión y anión podría estar sobre los 30 €/l. Por ello, el coste no parece un gran impedimento para el desarrollo de una industria productora de LI.

Dentro de este proyecto se van a realizar estudios del comportamiento de fricción y desgaste de dos tipos de líquidos.

Por un lado, vamos a utilizar como lubricante un líquido iónico prótico a alta temperatura para compararlo con los resultados de estudios anteriores realizados a temperatura ambiente. Por otro lado, se van a emplear como lubricantes tres líquidos apróticos derivados del catión tiazolio, con sustituyentes mono o poliéter, a temperatura ambiente. Ciertos líquidos iónicos basados en el tiazolio han sido sintetizados y caracterizados [11, 12], a partir del 4-metiltiazolio o 4-metil-5-tiazoletanol, obteniendo como resultado que este tipo de líquidos iónicos presenta una alta conductividad en agua y buena solubilidad en disolventes polares ( $\text{H}_2\text{O}$ , etanol y acetonitrilo) [13].

#### 1.6.4 Análisis de la distribución de temperatura en el contacto – Hot Spots

Los fenómenos físico-químicos que tienen lugar durante un ensayo tribológico son mayores que los que se pueden observar a simple vista. Además del desgaste abrasivo, se producen otros tipos de reacciones, siendo la temperatura instantánea un parámetro fundamental de las mismas en el contacto, siendo importante desde el punto de vista macroscópico y también el estudio puntual de una zona determinada.

Supongamos que se da inicio a un ensayo tribológico en un tribómetro de tipo punzón sobre disco a temperatura ambiente en el que se aplica como lubricante una disolución de un determinado compuesto en agua, por ejemplo un líquido iónico. Si observamos la evolución de la temperatura del lubricante registrada por un termopar, en un ensayo a no muy alta velocidad ni carga, podemos afirmar que ésta es prácticamente constante durante todo el ensayo y cercana a la temperatura ambiente. Por ello, parece lógico cuestionarse el motivo por el que se producen fenómenos de evaporación del agua de la disolución si este termopar no registra ninguna temperatura cercana a los 100 °C necesarios para que se produzca la evaporación de la misma.

La respuesta a esta cuestión la obtenemos en los denominados ‘hot spots’ o puntos calientes. En un trabajo de Bogdanovich y Tkachuk [10] se empleó un sofisticado sistema para registrar estos puntos de alta temperatura consistente en lentes con diferentes aumentos, escáner óptico, aparato de monitorización, grabadora de video, amplificador, oscilógrafo digital y escáner de infrarrojos. Los resultados mostraron que la temperatura de estos puntos de alto calor es muy variable, casi imprevisible, superando el valor medio del contacto por hasta casi dos órdenes de magnitud. La distribución de las temperaturas en dichos puntos es totalmente asimétrica. En algunos contactos, como en el de zafiro-aluminio o en el de zafiro-polietileno, estas temperaturas instantáneas llegan a superar el punto de fusión del material. Otra conclusión que se obtuvo fue que bajo grandes cargas y altas velocidades la temperatura máxima tiende a desplazarse hacia el borde de la probeta.

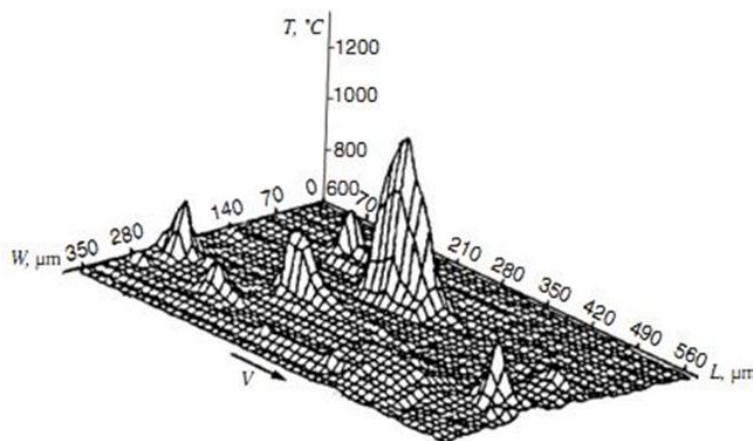


Figura 1.21 Distribución de temperaturas del área de contacto

## Capítulo II: Materiales y métodos experimentales



## 2. Materiales y Métodos Experimentales

### 2.1. Materiales empleados en los experimentos

En este proyecto se han realizado ensayos de fricción y desgaste para estudiar el comportamiento de cuatro lubricantes, uno de ellos a alta temperatura y los otros tres a temperatura ambiente. Para conseguirlo utilizamos el contacto entre una bola de zafiro y probetas de acero inoxidable AISI 316L.

#### 2.1.1 Acero AISI 316 L

Este es el tipo de acero que empleamos en los ensayos, el cual lo obtenemos a partir de un tocho inicial que hemos ido cortando progresivamente. Las probetas tienen forma de discos con un diámetro medio de 25mm y un espesor variable entre 5 y 15 mm según el ensayo que fuésemos a realizar.

##### A. Composición química

Elemento	% Mínimo	% Máximo
Carbono	0	0.03
Cromo	16	18.5
Hierro	61.4	72
Manganeso	0	2
Molibdeno	2	3
Níquel	10	14
Fósforo	0	0.045
Azufre	0	0.03
Silicio	0	1

Tabla 2.1 Composición química del acero inoxidable AISI 316 L

##### B. Microestructura

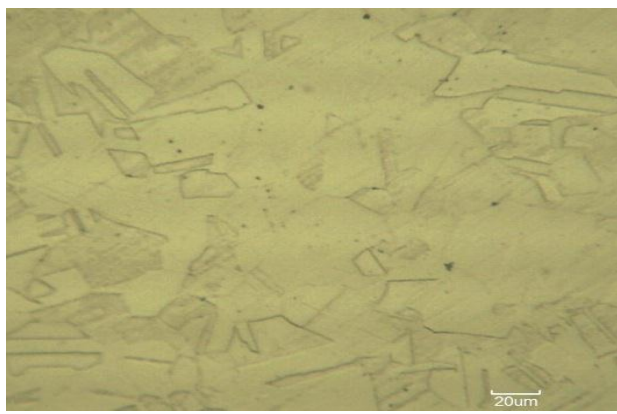


Figura 2.1 Microestructura del acero inoxidable AISI 316 L

**C. Propiedades mecánicas**

Densidad	7870 – 8070 Kg/m <sup>3</sup>
Módulo de Young	190 – 205 GPa
Límite elástico	170 – 310 MPa
Resistencia a la tracción	480 – 620 MPa
Resistencia a la compresión	170 – 310 MPa
Elongación	30 – 50 %
Dureza Vickers	170 – 220 HV

Tabla 2.2 Propiedades mecánicas del acero inoxidable AISI 316 L

**D. Propiedades térmicas y eléctricas**

Punto de fusión	1380 – 1400 °C
Temperatura máxima de servicio	750 – 925 °C
Temperatura mínima de servicio	-273 °C
Conductividad térmica	13 – 17 W/m·°C
Calor específico	490 – 530 J/Kg·°C
Coefficiente de expansión térmica	15 -18 µstrain/°C
Resistividad eléctrica	69 – 81 µhm·cm

Tabla 2.3 Propiedades térmicas y eléctricas del acero inoxidable AISI 316 L

**2.1.2 Zafiro (99%)**

Este material es el que compone las esferas pulidas que se colocan en el punzón del tribómetro para ejercer la presión sobre el acero. Su diámetro es de 1.5 mm y las suministra la empresa GoodFellow.

**A. Composición química**

El zafiro está formado por un 99.9% de alúmina u óxido aluminico ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y una base de óxido.

**B. Propiedades mecánicas**

Densidad	3940 – 4020 Kg/m <sup>3</sup>
Módulo de Young	430 – 460 GPa
Límite elástico	248 – 273 MPa
Resistencia a la tracción	248 – 273 MPa
Resistencia a la compresión	2000 – 2010 MPa
Elongación	0.05 – 0.06 %
Dureza Vickers	2500 – 3000 HV

Tabla 2.4 Propiedades mecánicas del zafiro

### C. Propiedades térmicas y eléctricas

Punto de fusión	1970 – 2070 °C
Temperatura máxima de servicio	1800 – 1959 °C
Temperatura mínima de servicio	-273 °C
Conductividad térmica	40.2 – 43.5 W/m·°C
Calor específico	738 – 768 J/Kg·°C
Coefficiente de expansión térmica	5.3 – 6.9 $\mu$ strain/°C
Resistividad eléctrica	1e22 – 1e24 $\mu$ ohm·cm

Tabla 2.5 Propiedades térmicas y eléctricas del zafiro

### 2.1.3 Lubricantes

Los líquidos que hemos empleado como lubricantes son el líquido iónico denominado oleato de 2-hidroxi dietanolamonio y tres muestras de líquidos nuevos que nos ha proporcionado una empresa de Madrid para su ensayo, además de un imidazolio (LNTf – 102) cuyo comportamiento se espera ser parecido al de estos nuevos.

#### A. Oleato de 2-hidroxi dietanolamonio (DO)

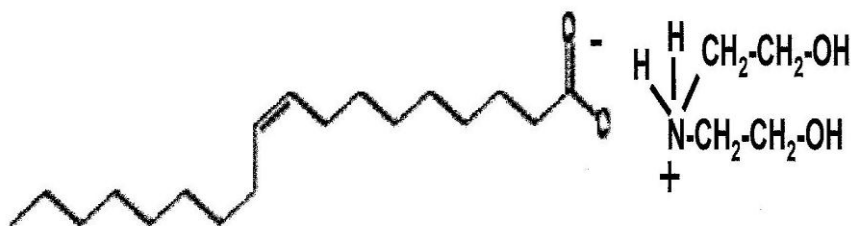


Figura 2.2 Formulación química del oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO)

Nombre	Oleato 2-hidroxi dietanolamonio
Abreviatura	2 – HDEAO
PH (estado puro)	9.24
Conductividad eléctrica (S)	$3.4 \cdot 10^{-6}$
Viscosidad (Pa·s)	1.04

Tabla 2.6 Resumen de propiedades del oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO)

## Termogravimetría

Este tipo de análisis nos muestra información sobre el comportamiento de la muestra ante aumentos de temperatura en una atmósfera controlada, todo ello para determinar su temperatura de descomposición. Este estudio se realiza en un analizador Shimadzu TGA-50. Se coloca una muestra de 10mg en la termobalanza, ensayando en una atmósfera de aire desde la temperatura ambiente hasta 600°C, con una velocidad de calentamiento de 10°C/min.

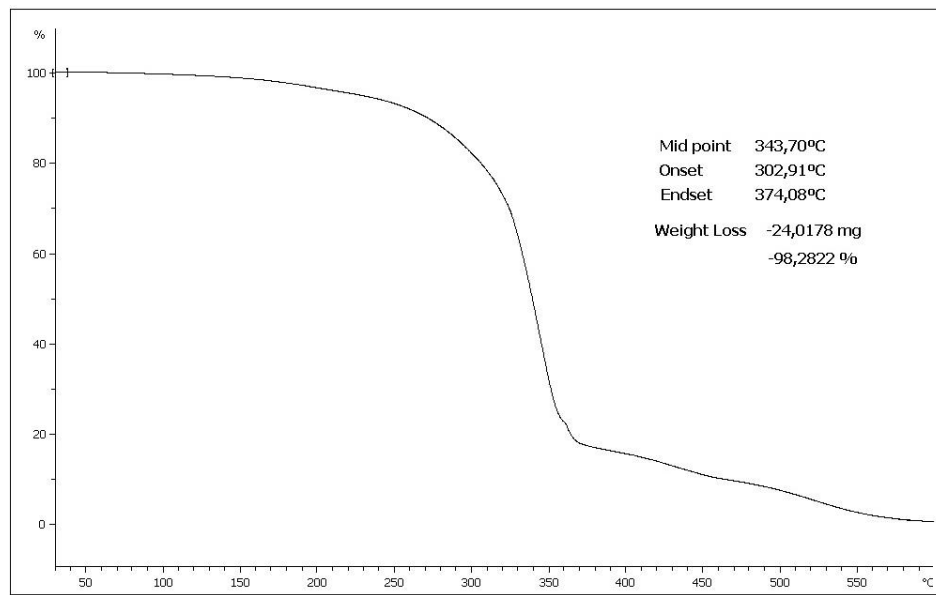


Figura 2.3 Gráfico de la TGA para el oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO)

## Espectroscopía infrarroja

Conseguimos obtener los espectros infrarrojos gracias a los registros de un espectrofotómetro Nicolet Magna FT-550, el cual se controla a través del software Omnic 2.1 desde un ordenador.

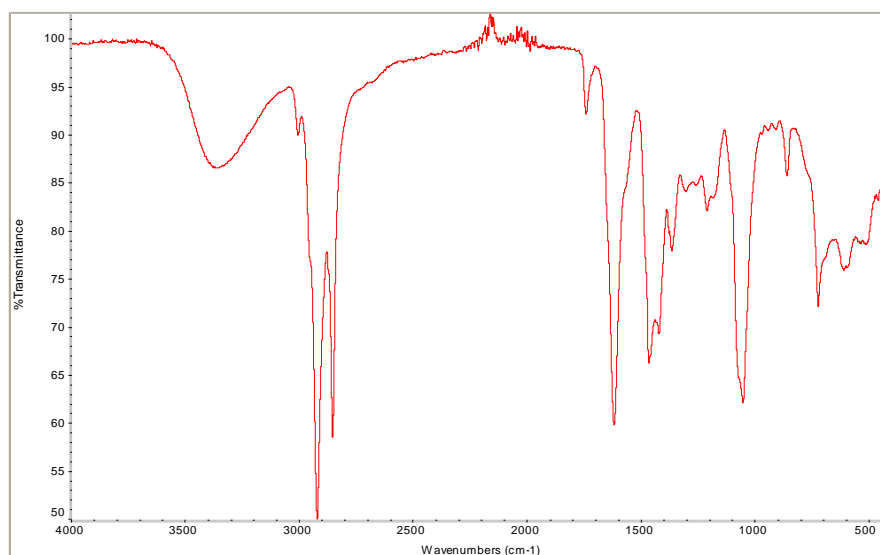


Figura 2.4 Espectro infrarrojo del oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO)

### B. Bis (trifluorometanosulfonyl) imida de 1-etil-3-metilimidazolio

Conocemos este líquido iónico de manera abreviada como LNTf-102, el cual tiene una viscosidad de 0.0307 Pa·s. Este fluido lo vamos a utilizar como comparador con los nuevos líquidos que vamos a ensayar, debido a que sus estructuras químicas son muy similares.

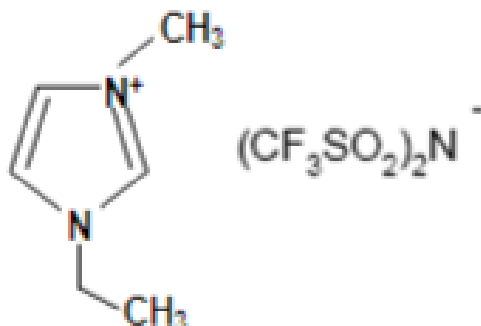
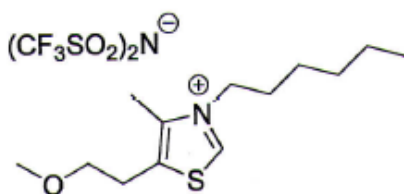


Figura 2.5 Formulación química del bis (trifluorometanosulfonyl) imida de 1-etil-3-metilimidazolio

### C. EM – 635

De estos tres líquidos siguientes no ha sido posible determinar todas sus propiedades, debido a que las cantidades de las que disponíamos para realizar los ensayos eran muy reducidas y fueron empleadas en su mayoría en los ensayos de fricción. Lo que sí hemos podido concluir es que los tres presentan un pH neutro. El estudio que hemos podido realizar de ellos ha sido la termogravimetría y el DSC, haciendo una comparativa con el del LNTf-102.



EM-635

Figura 2.6 Formulación química del EM-635

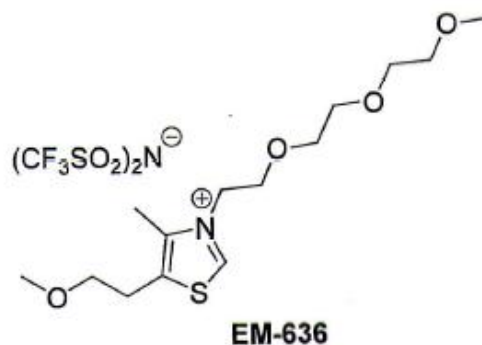
**D. EM – 636**

Figura 2.7 Formulación química del EM-636

**E. EM – 638**

De este nuevo líquido se ha medido su viscosidad obteniendo un valor de 0.0759 Pa·s

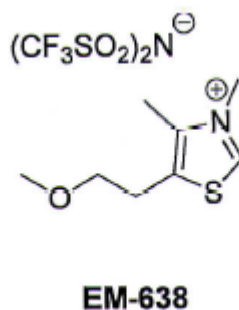


Figura 2.8 Formulación química del EM-638

**Comparación de termogravimetrías**

En este caso hemos usado dos atmósferas controladas, una de aire y otra con nitrógeno como gases portadores (200ml/min), para estudiar el efecto de la temperatura en la descomposición de las muestras. El barrido se realiza desde 30 °C hasta 900°C, con una velocidad de 10°C/min. Todo ello lo ensayamos en el equipo TAQ500.

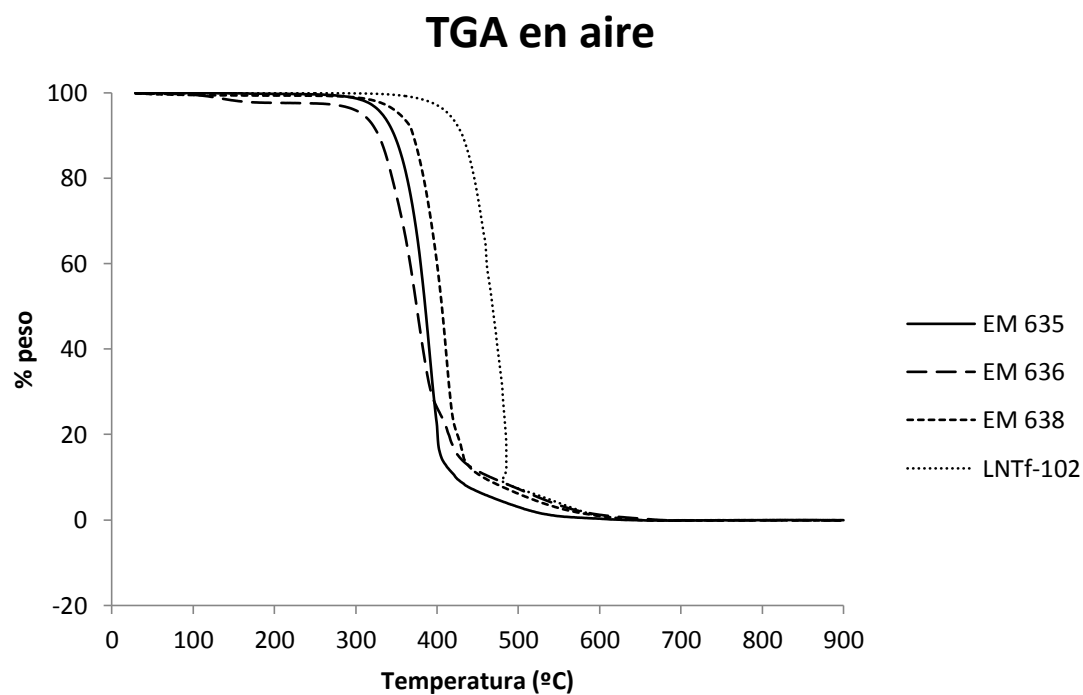


Figura 2.9 Gráfico comparativo de la TGA en aire de los nuevos líquidos

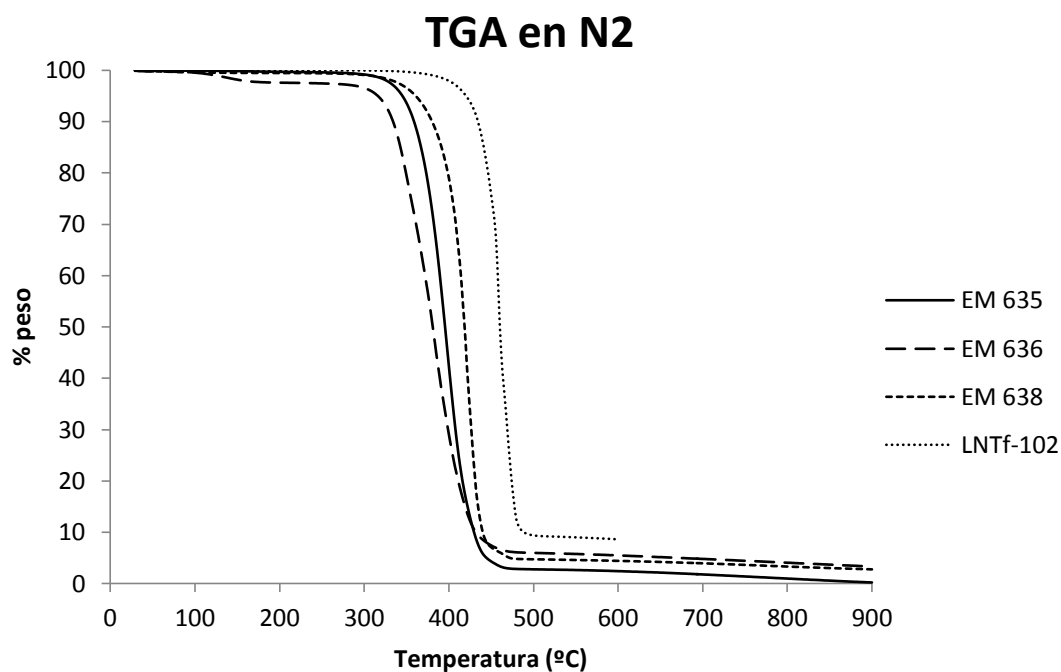


Figura 2.10 Gráfico comparativo de la TGA en nitrógeno de los líquidos nuevos

## Comparación DSC

Estos análisis se realizan con el equipo Mettler TA3000, utilizando nitrógeno como gas portador (100ml/min). El programa de temperatura realiza tres registros, de -150 a 100 °C, de 100 a -150 °C, y de -150 a 100°C, todos a 10°C/min.

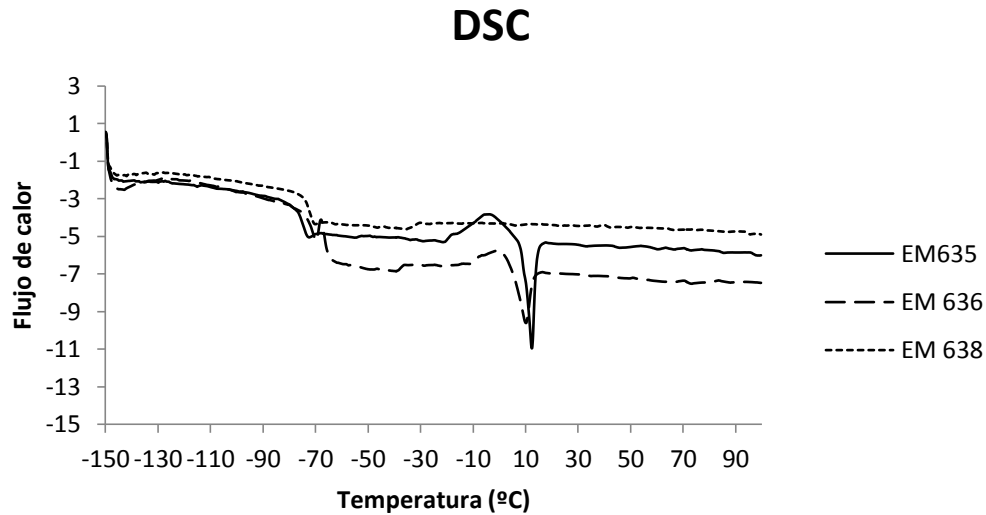


Figura 2.11 Gráfico comparativo de la DSC de los líquidos nuevos

## 2.2. Equipos usados

### A. Tribómetro

Este aparato es el que nos permite realizar los ensayos tribológicos para poder obtener los valores del coeficiente de fricción, así como obtener una probeta ensayada para su posterior estudio de desgaste. El tribómetro en cuestión utilizado es el modelo MT/30/SCM/T, fabricado por Microtest, de tipo punzón sobre disco, atendiendo a la norma ASTM G99. Cuenta con un horno, que es el elemento que nos ha permitido realizar el estudio a alta temperatura del primero de los líquidos.

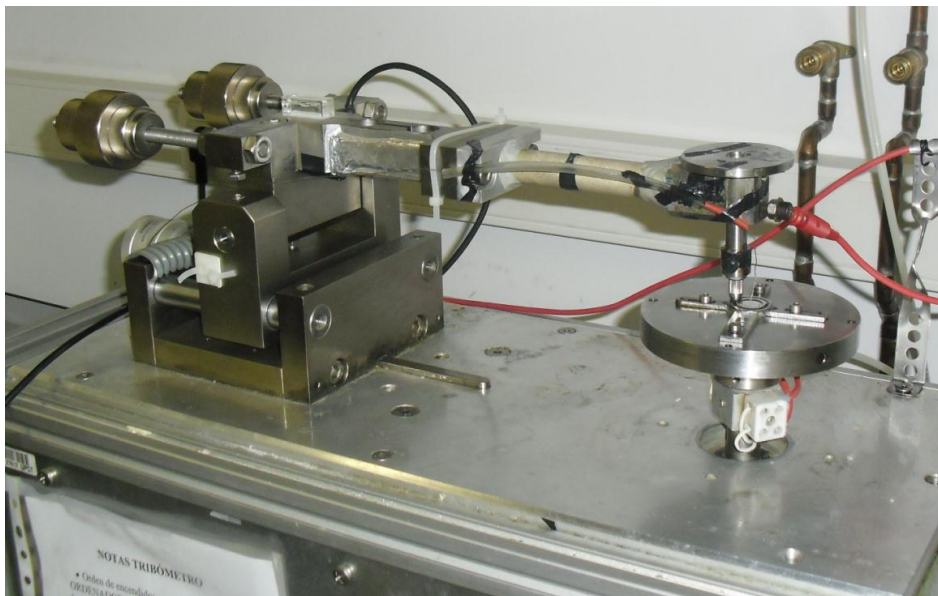


Figura 2.12 Tribómetro Microtest MT/30/SCM/T



Los datos de los ensayos de fricción y desgaste se registran a tiempo real gracias al programa informático MT4001 que se encuentra acoplado al tribómetro. Este programa nos permite exportar los resultados obtenidos a ficheros Excel y ASCII, para su posterior tratamiento.



Figura 2.13 Horno del tribómetro

Los ensayos que se llevan a cabo en el tribómetro se realizan con la configuración de contacto punzón sobre el disco, de manera similar a como se muestra en la siguiente figura.

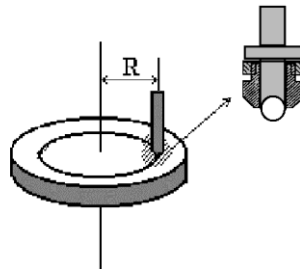


Figura 2.14 Esquema del punzón que contiene la bola de zafiro

Los termopares conectados al programa MT4001 permiten tomar registro de la temperatura durante el ensayo, situando uno sobre el punzón y otro sobre el lubricante. Del mismo modo, al utilizar el horno para los ensayos a alta temperatura, disponemos de un termopar adicional que nos permite fijar la temperatura de los ensayos.

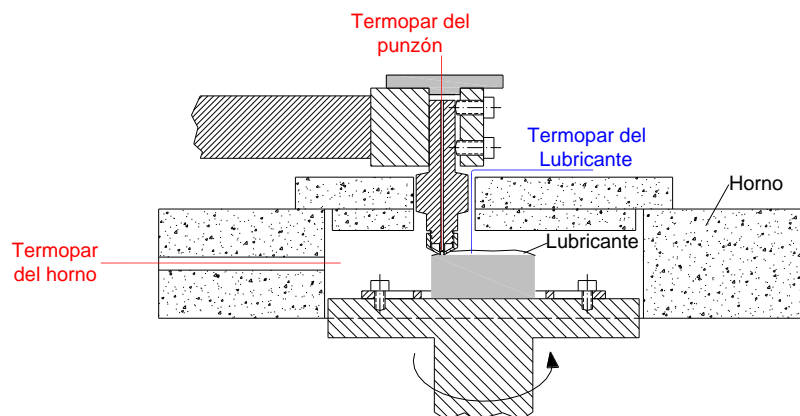


Figura 2.15 Esquema general de los elementos auxiliares del tribómetro

El medidor de resistencia eléctrica que se acopla al tribómetro es el que nos permite obtener el valor de la misma en el contacto, siendo registrados los valores en tiempo real por el programa informático.



**Figura 2.16 Medidor de resistencia eléctrica**

### **B. Cortadora de precisión**

El acero que empleamos en los ensayos lo obtenemos de un tocho cilíndrico inicial del que disponíamos en el laboratorio, por lo que para poder ser usado necesitamos cortarlo previamente con el espesor deseado. Para realizar esto contamos con la cortadora de precisión ISOMET 4000 de la casa Buehler.



**Figura 2.17 Cortadora de precisión ISOMET 4000**

### **C. Pulidora metalográfica**

Para conseguir una rugosidad aceptable en los ensayos, las probetas han sido previamente pulidas mediante esta pulidora modelo Phoenix Beta de la casa Buehler.



Figura 2.18 Pulidora metalográfica Phoenix Beta

#### D. Rugosímetro

Para medir la rugosidad de las probetas se ha utilizado el rugosímetro de laboratorio Profiltest SM-7. Este equipo permite evaluar y medir la rugosidad según tres normas: DIN, ISO y CNOMO. En el presente trabajo se ha utilizado la norma DIN 4768.

Tanto con la norma DIN como con la ISO se puede seleccionar tanto el recorrido entre puntos de lectura o *cut off* (a elegir entre 0,25, 0,8 y 2,5 mm) como el número de puntos de lectura (entre 2 y 32). El valor de *cut off* se elegirá en función de la rugosidad media esperada en las probetas.

El rugosímetro va equipado con una pantalla digital LCD y un teclado de membrana con autorrepetición que permiten, junto con el menú, la configuración y ejecución de todas las funciones.

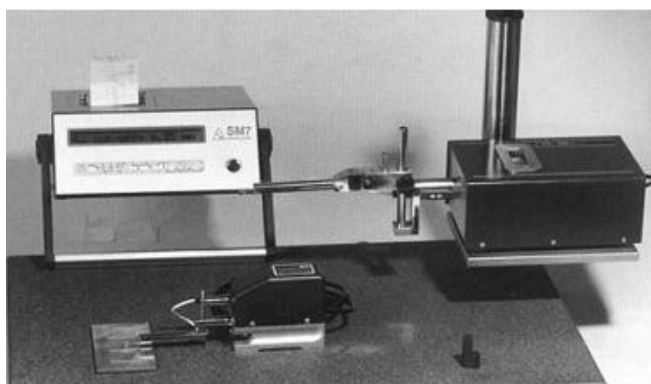


Figura 2.19 Rugosímetro ProfileTest

### E. Microperfilómetro

Para estudiar la morfología de las huellas de desgaste, y el valor del propio desgaste, se ha utilizado un perfilómetro óptico de no contacto con el que obtenemos una reproducción tridimensional de la superficie de la probeta.

Las características más destacadas del equipo son las siguientes:

- Marca y modelo: Taylor Hobson Talysurf CLI 500.
- Rango de medida:
  - Eje X=100mm.
  - Eje Y=100mm.
  - Eje Z=100mm.
- Capacidad de carga: 10Kg.
- Parámetros:
  - Medición de micro-alturas.
  - Tamaño y consistencia del granulado.
  - Áreas y volúmenes.
  - Zonas de contacto.
  - Topografía superficial.
  - Rugosidad 2D estándar.



**Figura 2.20 Microperfilómetro Taylor Hobson Talysurf CLI 500**

Se trata de un instrumento de medición de la topografía superficial. Esto significa que el indicador mide la altitud de tan sólo un punto en un momento, y la probeta en estudio se mueve en una bandeja móvil con el fin de explorar la zona de medición completa.

Normalmente, el sistema está concebido para la medición sin contacto con una lente óptica focal con un único punto del sensor. También puede ser equipado con un indicador de láser de triangulación. Incluso permite ser equipado con un indicador de diamante inductivo.

A través del software asociado, Talymap, se pueden realizar operaciones sobre la imagen generada por Talysurf (perfilómetro de no contacto), así como realizar un corte transversal y estudiar una superficie equidistante, medir el área de hueco y de pico en una sección de la huella, seleccionar una zona de la huella y determinar su volumen de

hueco y pico. Será a partir de estos datos generados por este programa con los que conseguiremos calcular el volumen de desgaste de cada uno de los ensayos.

### F. Microscopía óptica

Para el estudio morfológico y metalográfico de los materiales sometidos a fricción y desgaste se ha utilizado el microscopio óptico Leica DMR (ver Figura 2.21). Este microscopio lleva acoplado un analizador de imagen que utiliza el software Optimas.

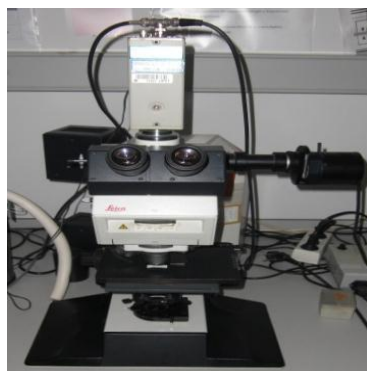


Figura 2.21 Microscopio óptico Leica DMR

### G. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido es una técnica instrumental que encuentra gran cantidad de aplicaciones en diversos campos de la ciencia y la tecnología. El equipo utilizado ha sido el microscopio electrónico de barrido Hitachi S-3500N.

El equipo está configurado para obtener imágenes tanto en alto vacío como en presión variable. Así mismo, está capacitado para obtener buenos resultados a bajo voltaje, lo que permite en algunos casos (ciertas muestras biológicas, polímeros, aleaciones ligeras,...) evitar el pretratamiento de las muestras.

Dispone de un sistema criogénico para la preparación y acondicionamiento de muestras, especialmente las biológicas, lo que constituye una alternativa a los métodos de preparación tradicionales.

La instalación cuenta con diversa instrumentación para llevar a cabo las sucesivas etapas para la preparación, observación y evaluación final de las muestras. Consta de los siguientes elementos:

- Cañón de electrones con un voltaje acelerador de 0,5 a 30 kV, ajustable por pasos.
- Fuente de electrones con filamento de W, polarización automática y alineamiento electrónico del cañón.
- Sistema de lentes con supresión de histéresis. Corriente de sonda con ajuste manual o automático, ajustable de 1 pA a 1 mA. Corrección de astigmatismo manual y electrónica.
- Movimientos motorizados en los ejes X e Y.

- Resolución de imagen de electrones secundarios de al menos 3,0 nm, en modo de alto vacío.
- Resolución de imagen de electrones retrodispersados de al menos 5,0 nm, en modo de presión variable. Este detector trabaja en modo composicional o topográfico.
- Rango de magnificación desde 18x hasta 300.000x, en más de 60 etapas.
- Cámara infrarroja.
- Sistema de vacío con control de evacuación, provisto de una bomba difusora y dos bombas rotatorias.
- Enfoque manual y automático con ajuste grueso y fino. Rastreo automático del foco.
- Detectores:
  - Secundarios.
  - Retrodispersados en modo composición y topográfico.

El equipo lleva acoplados un microanalizador por dispersión de energía de rayos X (EDS), como el detector de rayos X Xflash. Este analizador permite la realización de mapas elementales, perfiles de distribución y cálculo semicuantitativo de la composición elemental en un punto, en un área o en toda la imagen. La profundidad de este análisis realizado mediante EDS varía entre 1 y 2  $\mu\text{m}$ , aumentando al disminuir el número atómico de la muestra. La siguiente figura corresponde a una imagen del microscopio electrónico de barrido Hitachi S-3500N empleado.



Figura 2.22 Microscopio electrónico de barrido Hitachi S-3500N

## 2.3. Métodos experimentales

El siguiente esquema nos resume el procedimiento realizado en cada uno de los ensayos.



Figura 2.23 Esquema secuencial de los ensayos realizados

### 2.3.1 Preparación de las probetas de acero

El primer paso, antes que ningún otro, es preparar las probetas que hemos cortado del acero AISI 316 L. Para ello se cortan previamente las probetas del tocho de acero inicial del que se dispone utilizando la cortadora. Tras esto, pasamos a usar la pulidora para conseguir la rugosidad deseada del material. Contamos con diferentes hojas de lija de carburo de silicio, de granulometrías distintas en orden decreciente, con las que iremos desbastando la probeta hasta llegar a la fase del prepulido y pulido final en las que empleamos un abrasivo a base de alúmina.

### 2.3.2 Medida de la rugosidad

El siguiente paso del procedimiento experimental es medir la rugosidad obtenida tras el pulido de las probetas, empleando para ello el rugosímetro antes descrito. Atendiendo a la norma DIN 4768 se realizan tres medidas en diferentes direcciones para luego calcular la rugosidad media para cada tipo de lubricante.

Ensayo	$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	Desviación	$R_t$ ( $\mu\text{m}$ )	Desviación
DO100T	0.0564	0.0068	0.6262	0.1056
EM635	0.0553	0.0024	0.2756	0.1149
EM636	0.0574	0.0047	1.0729	0.4162
EM638	0.0692	0.0016	1.1378	0.0547
LNTf102	0.0767	0.0084	0.9972	0.0731

**Tabla 2.7 Rugosidades medias de las probetas usadas en los ensayos**

### 2.3.3 Ensayos de fricción y desgaste

Teniendo en cuenta la configuración del contacto de punzón sobre disco, la presión de contacto se puede calcular aplicando la expresión de Hertz para el caso de una esfera sobre una superficie plana. El resultado para la configuración de los ensayos, todos ellos realizados aplicando una carga de 1 Newton sobre una esfera de 1,5 mm de diámetro, es de 1,8 GPa de presión máxima y 1,6 GPa de presión media.

Para la realización de los ensayos de fricción y desgaste se sitúa la probeta en el tribómetro previamente calibrado. A continuación, se extienden 0,5 ml del líquido iónico que va a ser usado como lubricante en la superficie del disco de aluminio, y se da comienzo al ensayo.

Los ensayos de fricción y desgaste se han realizado a temperatura ambiente con carga constante. Los parámetros de los ensayos son los siguientes:

- Punzón de zafiro de 1,5 mm de diámetro.
- Radio de giro de 9 mm
- Velocidad de 0,1 m/s
- Distancia recorrida de 500 m
- Atmósfera de laboratorio
- 0,5 ml de lubricante
- Carga aplicada de 1 Newton, presión máxima de contacto de 1,8 GPa y presión media de 1,6 GPa

En el caso de los ensayos a alta temperatura, tras la calibración del tribómetro y la colocación de la probeta, se programa el horno del que disponemos en el tribómetro para que alcance la temperatura deseada. Una vez alcanzada es cuando comenzamos el ensayo que hemos programado en el ordenador y que tiene las mismas características de los realizados a temperatura ambiente.

Una vez finalizado el ensayo de fricción y desgaste, llevamos las probetas al perfilómetro para poder obtener las imágenes de las huellas que se han producido en la superficie de la probeta. Antes de esto se han eliminado todos los restos del lubricante limpiando la probeta con acetona o etanol, y también usamos el microscopio óptico para obtener una imagen de dicha huella.



Tras el paso por el perfilómetro, se llevan las muestras al microscopio electrónico de barrido, donde su potencia nos permite obtener imágenes muy nítidas y aumentadas de la zona de la huella. Así como realizar una cuantificación de los distintos elementos químicos que aparecen en la zona estudiada gracias a un análisis de energías dispersivas (EDX).

## Capítulo III: Objetivos del proyecto

### 3. Objetivos del proyecto

#### 3.1. Objetivos del proyecto

La finalidad de los resultados de este proyecto se resume a continuación como los objetivos que se quieren alcanzar:

1. Estudio de la influencia de los líquidos iónicos en la disminución del coeficiente de fricción y el desgaste en los contactos acero inoxidable – zafiro.
2. Determinación de los coeficientes de fricción y la tasa de desgaste.
3. Determinación de las condiciones mínimas de fricción y desgaste.
4. Observación de los mecanismos que se producen en la interfase del contacto, desde un punto de vista triboquímico y de deformación plástica.
5. Establecer criterios de mejora en cuanto a la elección de aditivos para futuros ensayos.

## Capítulo IV: Discusión de resultados

## 4. Discusión de resultados

En este capítulo se van a presentar los resultados finales obtenidos de cada uno de los líquidos iónicos ensayados. Se presentan, por orden, los valores del coeficiente de fricción, el desgaste de las probetas, las microscopías óptica y electrónica de barrido, y el microanálisis mediante energías dispersivas (EDX). En el Anexo I se detalla el proceso de cálculo de todos los parámetros, gráficas y promedios.

### 4.1. Oleato 2-hidroxi dietanolamonio (DO)

El estudio de este líquido se ha realizado mediante ensayos a alta temperatura, gracias al uso del horno del que dispone el tribómetro. La temperatura de ensayo ha sido de 100°C.

#### 4.1.1. Antecedentes del comportamiento tribológico del oleato 2-hidroxi dietanolamonio a temperatura ambiente

En estudios anteriores a este proyecto se realizaron ensayos con este líquido iónico a temperatura ambiente bajo las mismas condiciones, cuyos resultados de fricción y desgaste se muestran a continuación.

	Coeficiente de fricción	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	0,134	$2,30 \cdot 10^{-4}$	$4,60 \cdot 10^{-7}$
<b>Desviación</b>	0,016	$1,0 \cdot 10^{-4}$	$3,14 \cdot 10^{-7}$

**Tabla 4.1 Valores del coeficiente de fricción, volumen y tasa de desgaste a temperatura ambiente del DO**

El mecanismo de desgaste que presentaron estos ensayos fue predominantemente abrasivo. Presentando en la zona de la huella de desgaste un incremento de la cantidad de oxígeno con respecto a la superficie de las probetas no afectada

#### 4.1.2. Evolución del coeficiente de fricción

La representación del coeficiente de fricción medio obtenido de los ensayos se muestra en la Figura 4.1, desde el inicio hasta los 500 metros que se establecen para realizar el ensayo.

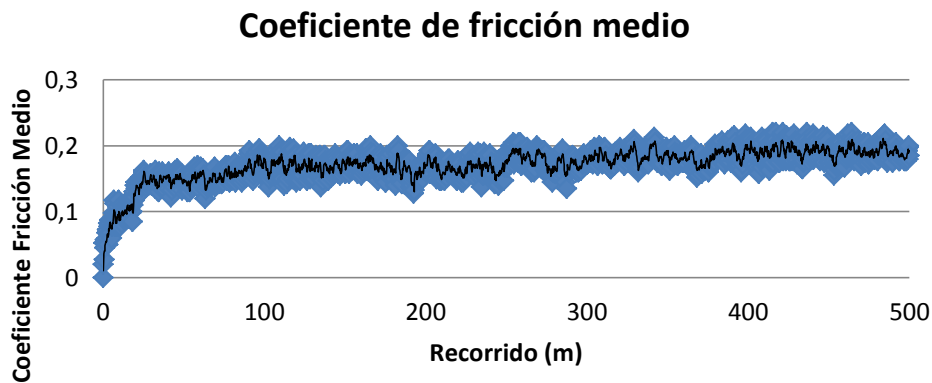


Figura 4.1 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido (DO 100°C)

La evolución del coeficiente de fricción nos muestra un comportamiento adecuado del lubricante, el cual mantiene un nivel de fricción en torno a unos valores constantes obteniendo como media el resultado siguiente.

Coeficiente de fricción medio	Desviación
0,1713	0,0186

Tabla 4.2 Valor del coeficiente de fricción medio para el DO a 100°C

Podemos comparar este valor con el obtenido para temperatura ambiente y observamos un coeficiente de fricción similar.

La evolución de la resistencia eléctrica no se ha podido medir en estos ensayos debido a la utilización del horno, causa por la cual debíamos desinstalar dicho medidor de resistencia.

La evolución de la temperatura en el contacto del lubricante sí la hemos registrado y se muestra en la Figura 4.2.

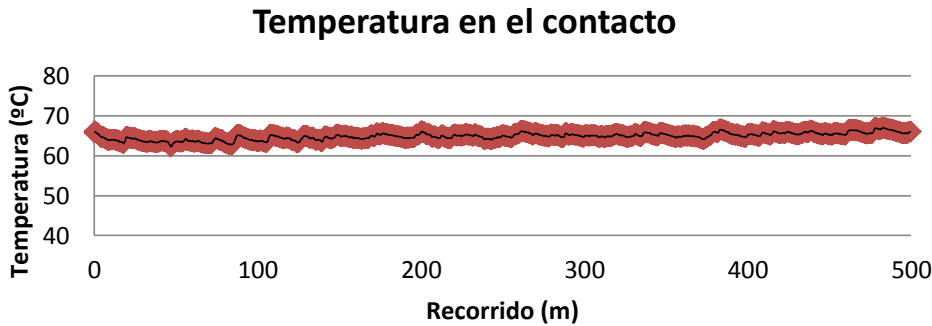


Figura 4.2 Evolución de la temperatura del lubricante (DO 100°C)

Observamos que la temperatura del lubricante en el contacto se mantiene constante en torno a unos 65°C, por debajo de los 100°C a los que se realiza el ensayo.

### 4.1.3. Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L

Tras el ensayo en el tribómetro pasamos a estudiar el desgaste que se ha producido en los materiales en deslizamiento. El perfilómetro es el equipo que nos permite estudiar y cuantificar el volumen y tasa de desgaste que ha tenido lugar en la probeta, obteniendo los siguientes resultados.

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	$6,11 \cdot 10^{-2}$	$1,22 \cdot 10^{-4}$
<b>Desviación</b>	$7,10 \cdot 10^{-3}$	$1,42 \cdot 10^{-5}$

Tabla 4.3 Volumen y tasa de desgaste DO a 100°C

Estos valores de desgaste, al compararlos con los resultados que se tienen de ensayos anteriores realizados a temperatura ambiente (Tabla 4.1) se puede ver cómo el desgaste que se produce en la probeta es mayor, en tres órdenes de magnitud, como era de esperar al incrementar la severidad de las condiciones de deslizamiento y la reducción de la viscosidad del lubricante al aumentar la temperatura.

### 4.1.4. Mecanismos de desgaste

#### ➤ Micrografía óptica de la huella tras el ensayo

Tras acabar los ensayos de fricción utilizamos el microscopio óptico para obtener estas imágenes de la huella que queda sobre la probeta tras el ensayo, así como la que se produce en la bola de zafiro del punzón.

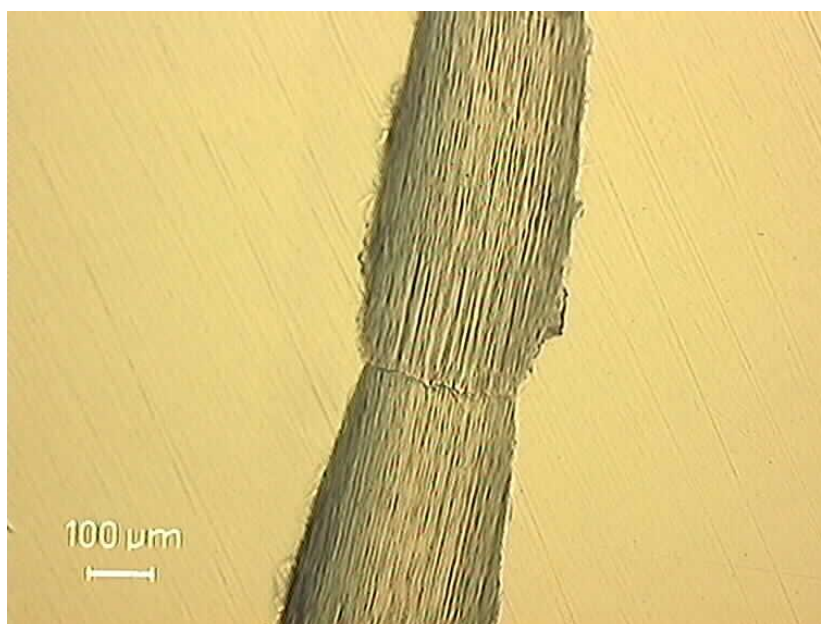
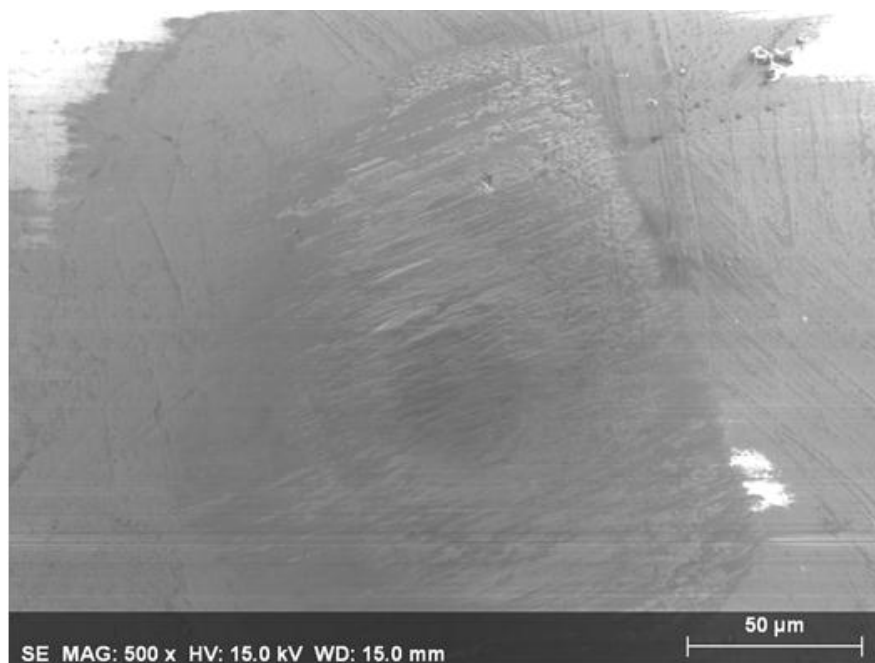


Figura 4.3 Huella sobre la probeta con DO a 100°C a 10x



**Figura 4.4 Huella sobre la bola de zafiro con DO a 100°C a 20x**

Se ha medido el área de esta huella de desgaste mediante el software asociado al microscopio óptico, obteniendo un valor de  $0,03 \text{ mm}^2$ . También se ha realizado un análisis de energías dispersivas (EDX) y un mapa elemental de los elementos químicos presentes en la zona desgastada en el microscopio electrónico de barrido.



**Figura 4.5 Micrografía electrónica a 500 aumentos de la huella sobre la bola de zafiro**



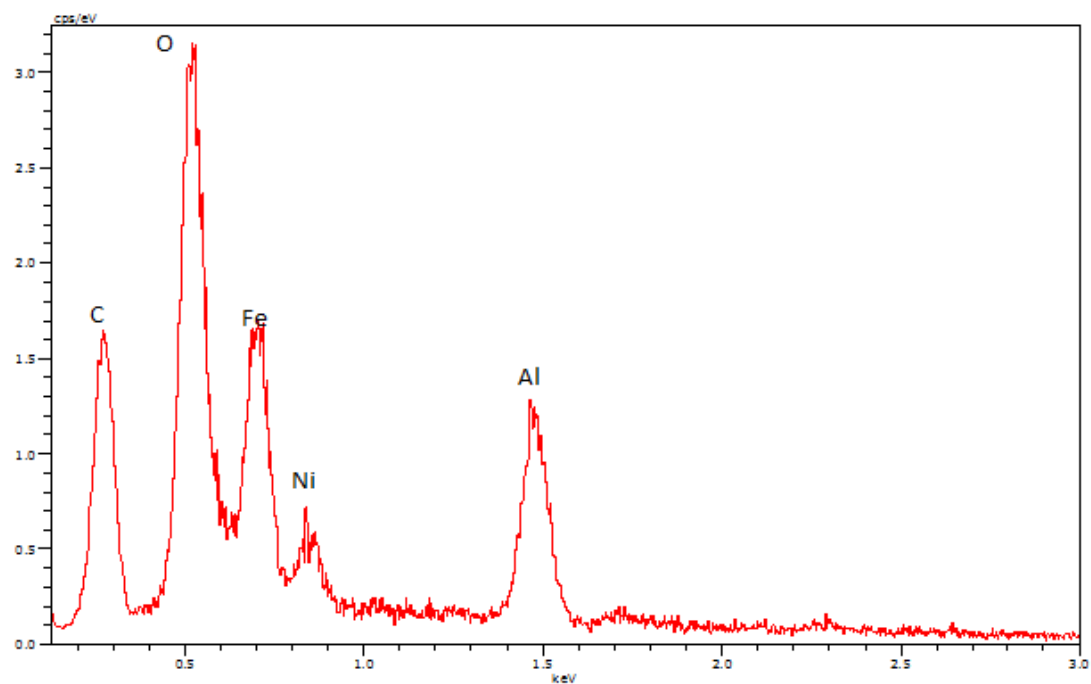


Figura 4.6 Espectro EDX dentro de la zona desgastada

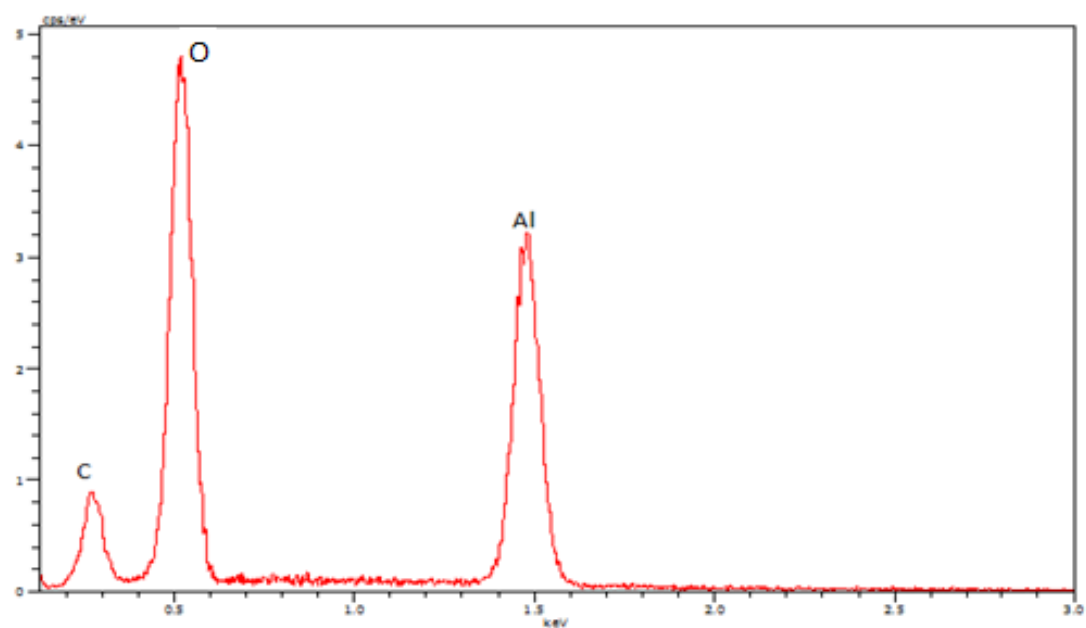
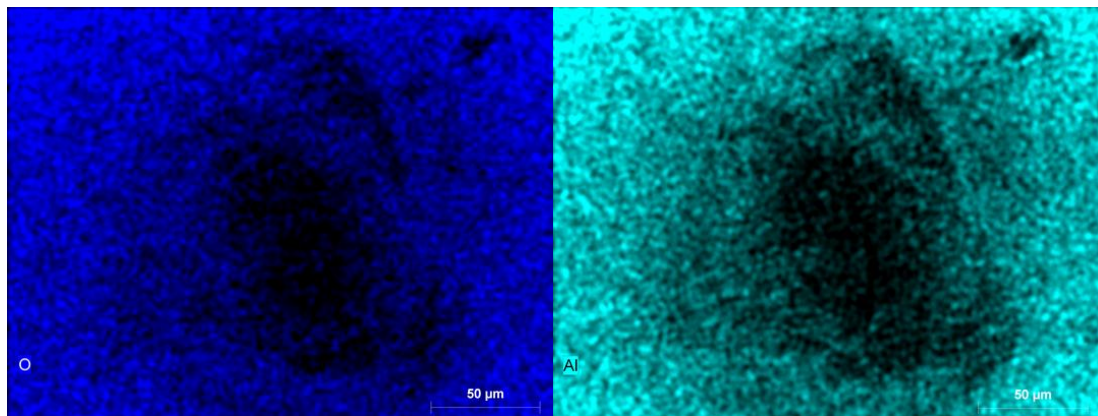


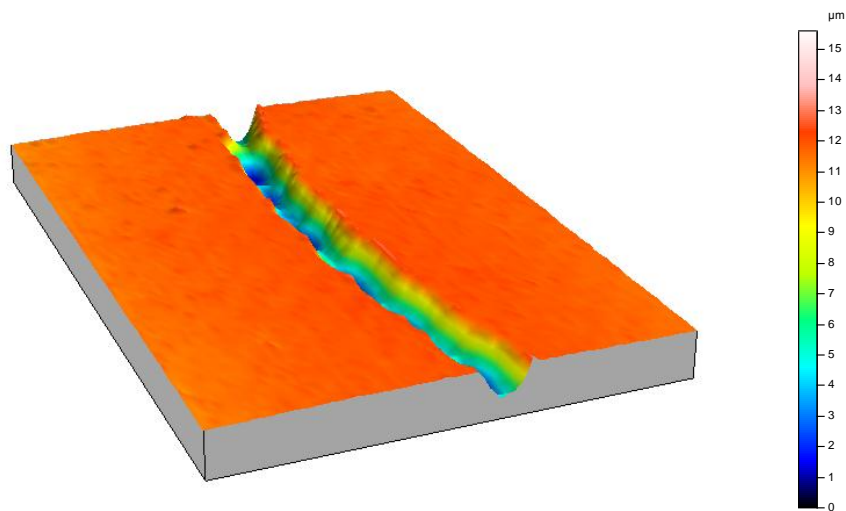
Figura 4.7 Espectro EDX fuera de la zona desgastada de la bola de zafiro

Al observar el mapa elemental podemos concluir que se ha producido desgaste en la bola de zafiro, como se puede observar en los siguientes mapas elementales del oxígeno y el aluminio, componentes de la alúmina, de la zona desgastada.



**Figura 4.8 Mapas elementales de oxígeno y aluminio presentes en la zona estudiada**

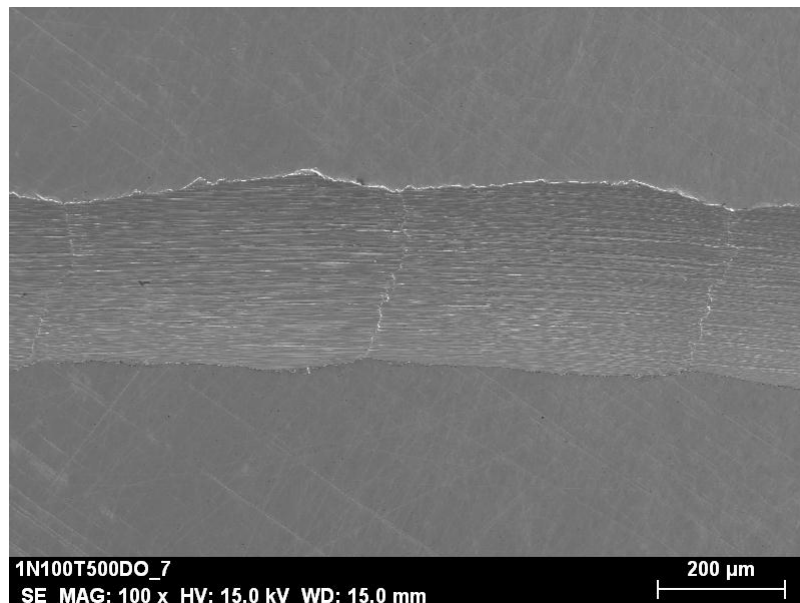
➤ Microperfilometría tridimensional



**Figura 4.9 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (DO 100°C)**

➤ Microscopía electrónica de barrido

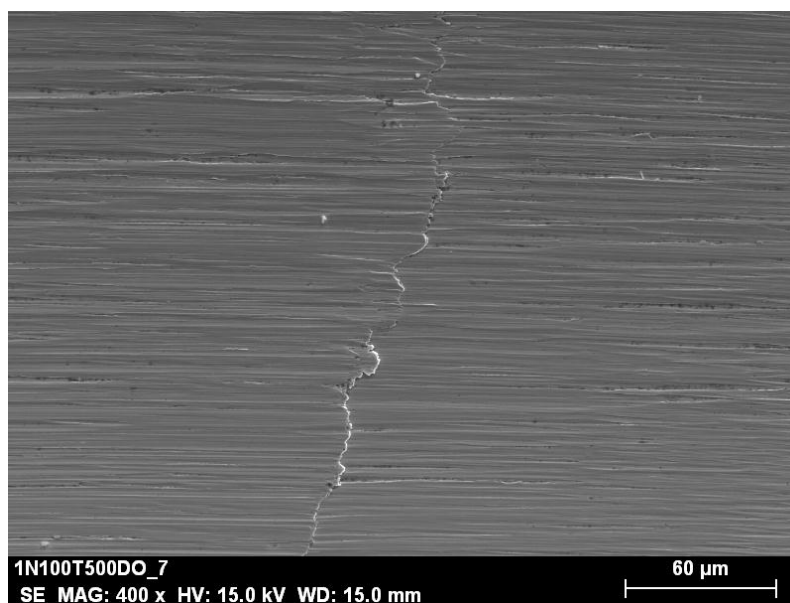
En las siguientes imágenes se muestra la huella de la probeta observada en el microscopio electrónico de barrido a diferentes aumentos.



**Figura 4.10 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (DO 100°C)**

En la Figura 4.6, realizada a 100 aumentos, podemos observar un desgaste suave al ver las marcas paralelas de abrasión dentro de la huella junto con una deformación plástica en los bordes de la misma y en su interior al observar las marcas transversales dentro de la huella.

Este mecanismo de desgaste se puede observar de manera más detallada en la Figura 4.7 realizada a 400 aumentos.



**Figura 4.11 Micrografía electrónica a 400 aumentos (DO 100°C)**

## ➤ Microanálisis mediante energías dispersivas (EDX)

Mediante el uso del propio microscopio electrónico de barrido, podemos analizar los elementos químicos presentes en las diferentes zonas de la probeta y también en las partículas de desgaste que previamente hemos separado del lubricante sobrante sobre la probeta al acabar el ensayo de fricción.

Las zonas de interés de estudio son el interior y exterior de la huella de la probeta, lo que nos va a permitir determinar las variaciones de ciertos elementos en función de la intensidad de los picos de cada uno. Debemos tener en cuenta que la técnica EDX no nos muestra un análisis cuantitativo exacto, pero sí nos sirve para realizar un estudio comparativo.

A continuación se muestran los espectros y porcentajes en peso y atómicos obtenidos, dentro y fuera de la huella, para este primer líquido.

## • Fuera de la huella

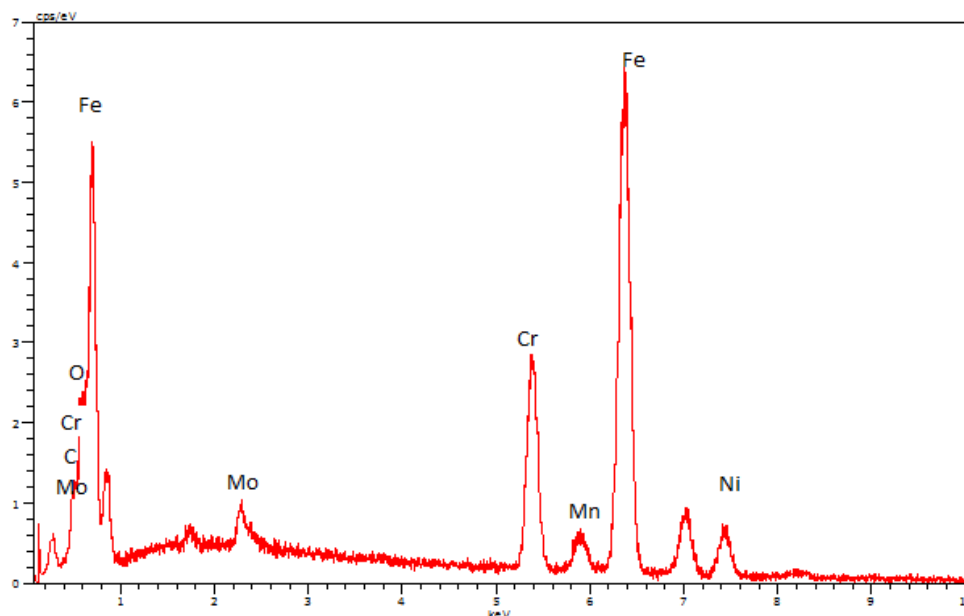


Figura 4.12 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (DO 100°C)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
<b>Fe</b>	67,64	64,70
<b>C</b>	1,03	4,56
<b>O</b>	0,15	0,51
<b>Ni</b>	11,37	10,39
<b>Mo</b>	2,34	1,31
<b>Mn</b>	2,14	2,09
<b>Cr</b>	15,16	15,63

Tabla 4.4 Porcentajes en peso y atómicos fuera de la huella de desgaste (DO 100°C)

- Dentro de la huella

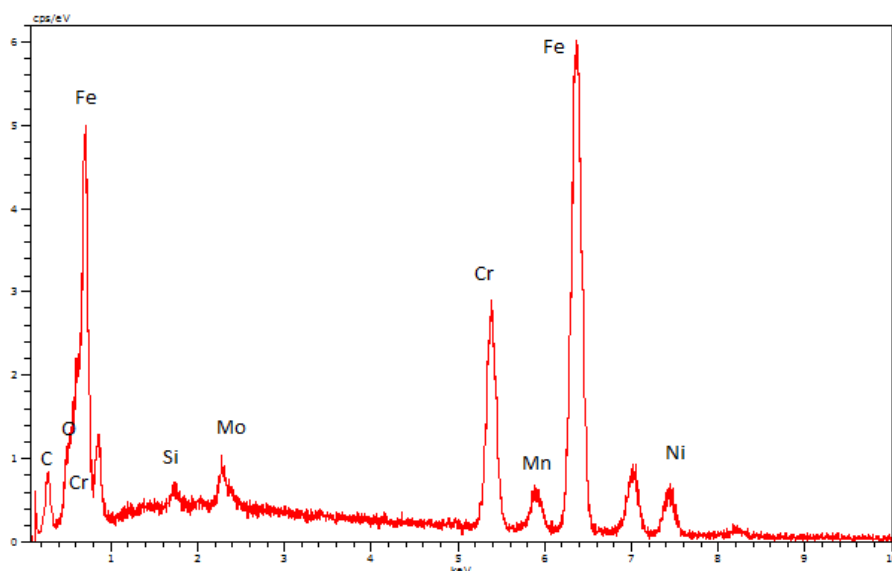


Figura 4.13 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (DO)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
Fe	67,21	63,79
C	1,28	5,64
O	0,24	0,78
Ni	11,06	9,99
Mo	2,26	1,25
Mn	2,30	2,22
Cr	15,23	15,52

Tabla 4.5 Porcentajes en peso y atómicos dentro de la huella de desgaste (DO 100°C)

Al comparar los porcentajes obtenidos podemos concluir que se ha producido un incremento de los porcentajes de los elementos C y O, presentes en el líquido iónico.

- Partículas de desgaste

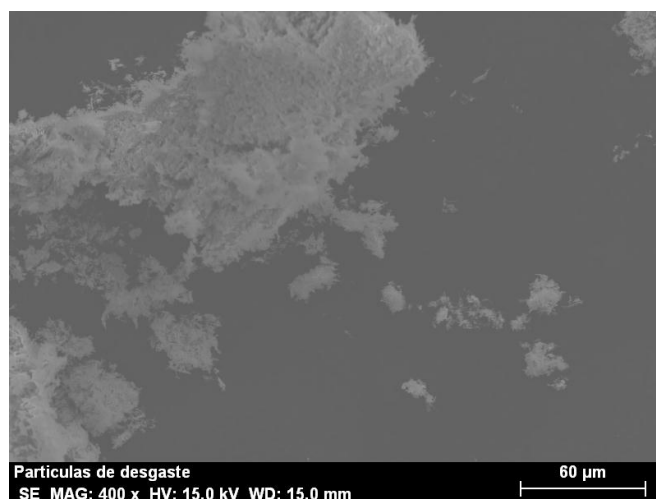
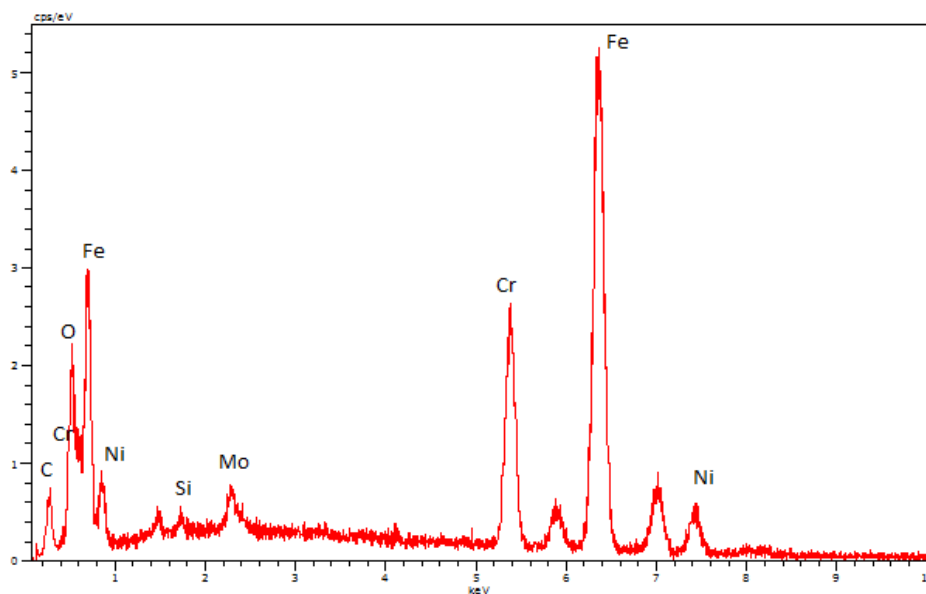


Figura 4.14 Micrografía electrónica a 400 aumentos de las partículas de desgaste (DO 100°C)

Esta es la imagen obtenida al introducir las partículas de desgaste separadas del lubricante tras el ensayo, realizada a 400 aumentos.

Hemos realizado un ensayo EDX de una de ellas, observando que hay un aumento considerable en las concentraciones de oxígeno. Es decir, las partículas de desgaste están compuestas por óxido de hierro. Éste óxido puede proceder del arranque de las capas superficiales del disco de acero inoxidable, así como de la oxidación del hierro metálico una vez arrancado, en contacto con el oxígeno del aire.



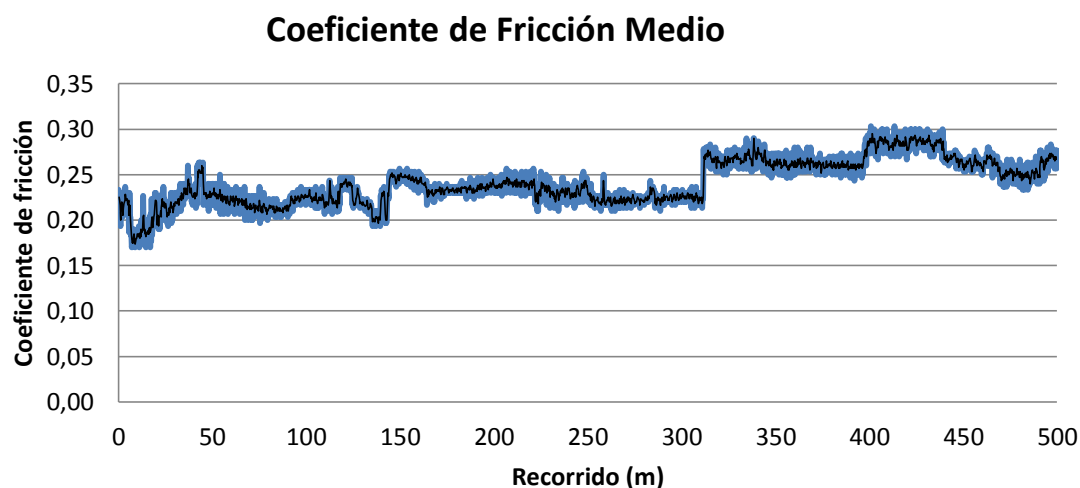
**Figura 4.15 Espectro EDX de las partículas de desgaste (DO 100°C)**

## **4.2. EM – 635**

Este es el primero de los tres líquidos iónicos nuevos que se han ensayado en el proyecto, cuya formulación y propiedades se detallaron en el Capítulo II. En este caso los ensayos se realizan a temperatura ambiente.

### **4.2.1. Evolución del coeficiente de fricción**

Las condiciones del ensayo son las mismas que antes: carga de 1N, recorrido de 500 metros, velocidad 0,1 m/s, diámetro del punzón 1,5 mm y radio de giro 9 mm. En la Figura 4.12 observamos el comportamiento del coeficiente de fricción medio de los distintos ensayos realizados.



**Figura 4.16 Representación gráfica del coeficiente de fricción medio frente al recorrido (EM-635)**

Los valores numéricos y la desviación del coeficiente de fricción medio total se muestran en la siguiente tabla.

Coeficiente de fricción medio	Desviación
0,241	0,033

**Tabla 4.6 Coeficiente de fricción medio total (EM-635)**

Al compararlo con los valores del primer líquido vemos que se tiene un coeficiente de fricción superior en un 139,3 %.

#### 4.2.2. Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L

Aunque los resultados de la fricción son mayores que para el anterior líquido, vemos en la siguiente tabla que el factor de desgaste es menor, por lo tanto, este líquido tiene una buena capacidad para soportar carga y separar los materiales en deslizamiento.

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	$1,08 \cdot 10^{-3}$	$2,16 \cdot 10^{-6}$
<b>Desviación</b>	$4,76 \cdot 10^{-5}$	$9,51 \cdot 10^{-8}$

**Tabla 4.7 Valores de volumen y tasa de desgaste (EM-635)**

### 4.2.3. Mecanismos de desgaste

- Micrografía óptica de la huella tras el ensayo

Al ensayar este líquido, las únicas huellas que deja se encuentran en la probeta de acero, mientras que en la bola de zafiro no se observa ninguna marca de desgaste.

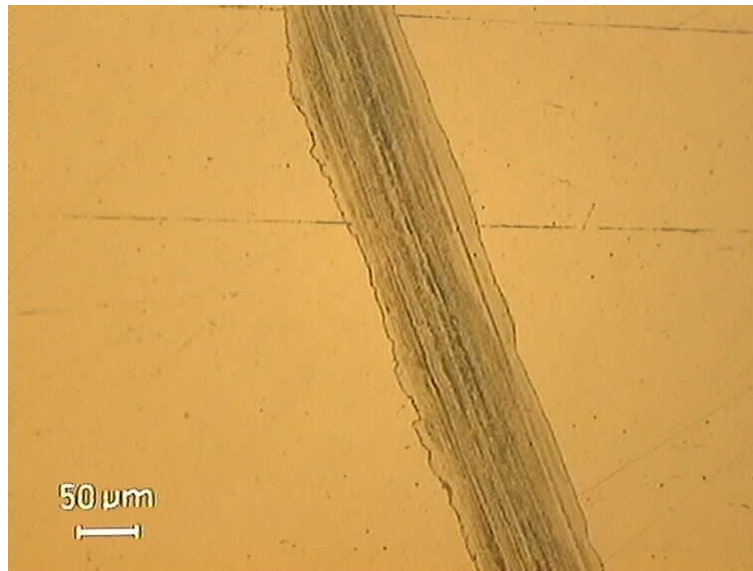


Figura 4.17 Micrografía óptica de la huella de desgaste (EM-635)

- Microperfilometría tridimensional

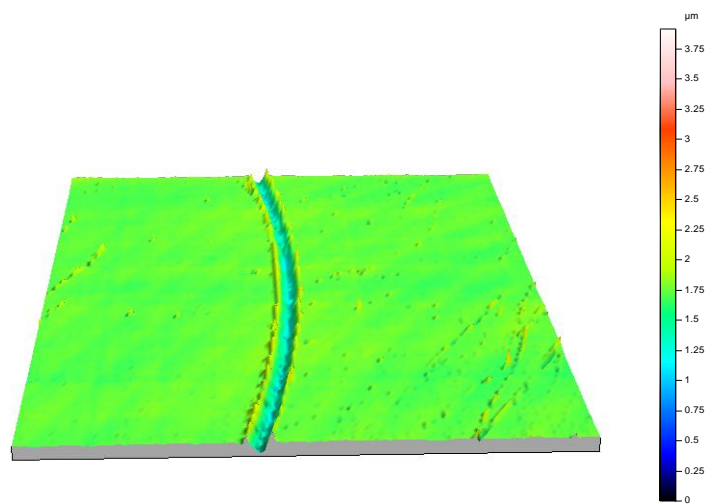


Figura 4.18 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (EM-635)



➤ Microscopía electrónica de barrido

En las fotografías obtenidas con el microscopio electrónico de barrido se puede observar cómo, a los mismos aumentos, la huella que hay sobre la probeta es menor que la del primer líquido.

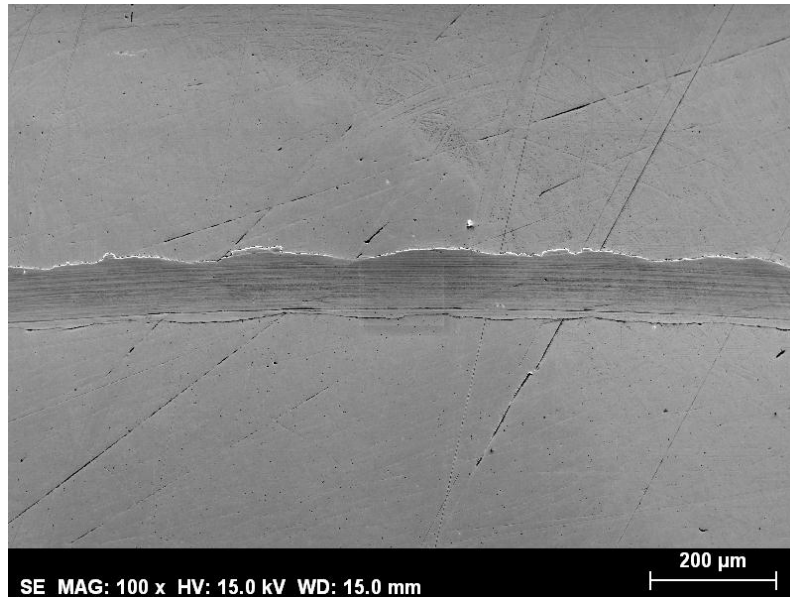


Figura 4.19 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (EM-635)

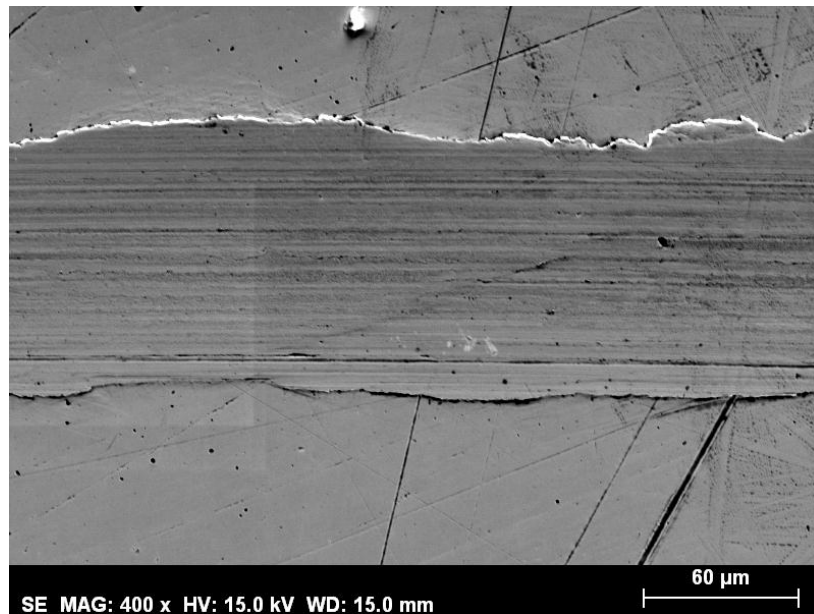


Figura 4.20 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (EM-635)

Se observa un desgaste abrasivo, como el anterior, por las líneas paralelas producidas. De igual modo, que una deformación plástica en los bordes de la huella, de menor anchura que la del primer líquido.

## ➤ Microanálisis mediante energías dispersivas (EDX)

De la misma manera que antes, hacemos dos puntos de estudio: dentro y fuera de la huella.

## • Dentro de la huella

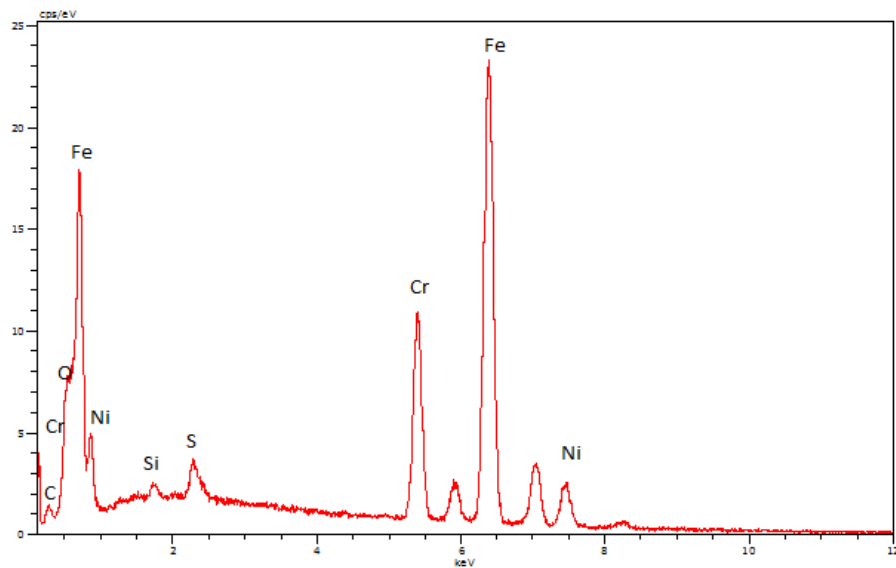


Figura 4.21 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (EM-635)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
<b>Fe</b>	68,47	63,48
<b>C</b>	0,70	3,02
<b>O</b>	16,68	4,50
<b>Ni</b>	11,31	9,98
<b>S</b>	1,15	1,85
<b>Si</b>	0,30	0,56
<b>Cr</b>	16,68	16,61

Tabla 4.8 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (EM-635)

- Fuera de la huella

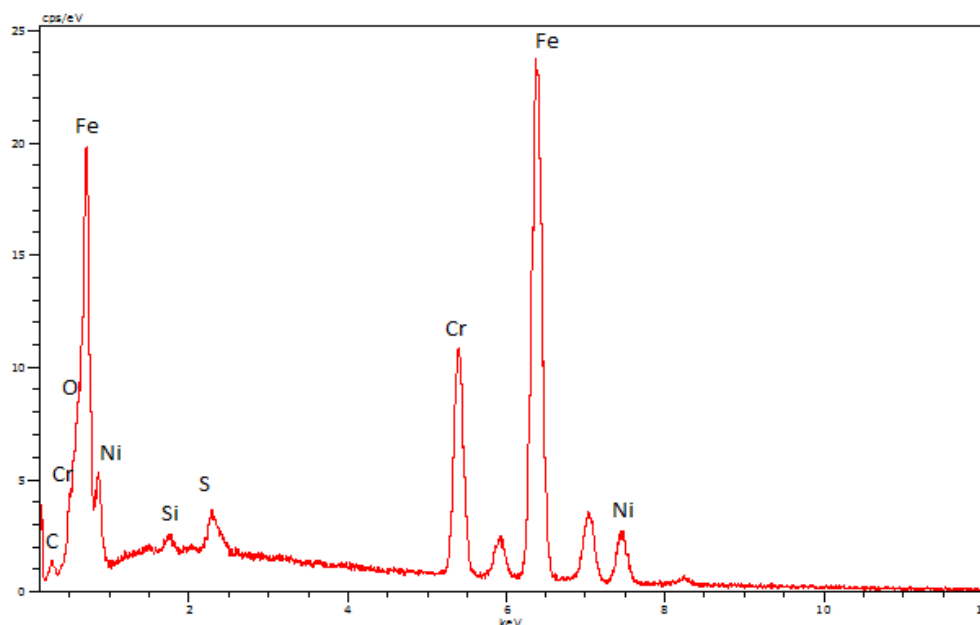


Figura 4.22 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (EM-635)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
Fe	69,23	65,99
C	0,66	2,94
O	0,26	0,86
Ni	11,64	10,56
S	1,15	1,90
Si	0,32	0,60
Cr	16,74	17,14

Tabla 4.9 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (EM-635)

Al comparar las cantidades de los elementos se puede concluir que se produce una pequeña oxidación en la zona de la huella, ya que el porcentaje de oxígeno presente es mayor aquí que en la zona de la probeta no afectada. Esto lo podemos observar en la siguiente imagen que nos muestra el oxígeno que hay en la zona estudiada. El porcentaje de azufre (S) es el mismo dentro y fuera de la huella, aunque hay que tener en cuenta que la energía del pico correspondiente al S coincide con la del molibdeno (Mo).

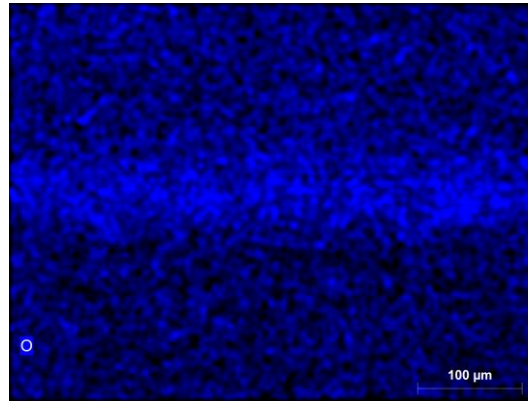


Figura 4.23 Mapa elemental de oxígeno en la zona estudiada (EM-635)

### 4.3. EM – 636

De nuevo, con este líquido, realizamos ensayos a temperatura ambiente en el tribómetro con las mismas características de ensayo anteriores.

#### 4.3.1. Evolución del coeficiente de fricción

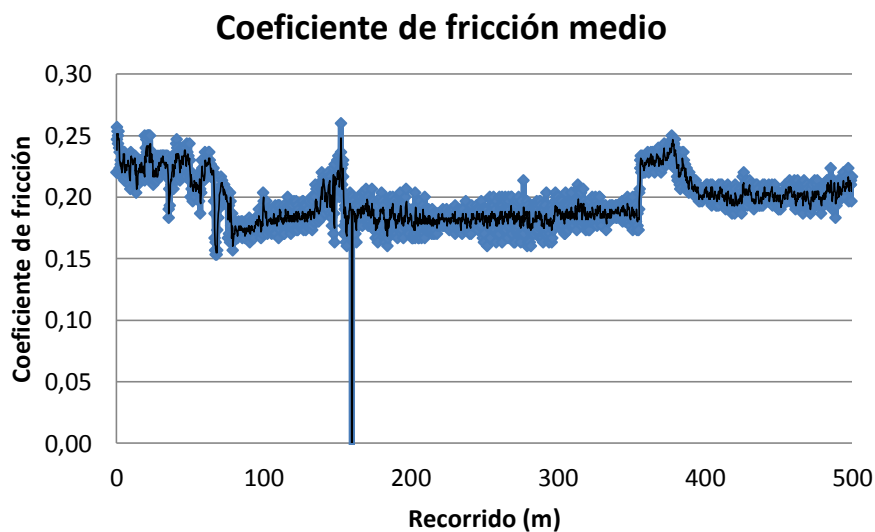


Figura 4.24 Representación gráfica del coeficiente de fricción medio frente al recorrido (EM-636)

Se observa una anomalía en torno a los 150 metros del recorrido, la cual no tiene que ver con el mecanismo de fricción o desgaste; sino que está relacionada con alguna perturbación externa durante la toma de datos. Sin embargo, este pico puntual no afecta al valor medio final.

Con esto, el valor medio del coeficiente de fricción total es el siguiente.

Coeficiente de fricción medio	Desviación
0,197	0,033

**Tabla 4.10 Coeficiente de fricción medio (EM-636)**

Este valor es algo menor que el del anterior líquido nuevo, pero sigue sin mejorar los resultados obtenidos en ensayos anteriores para el primer líquido a temperatura ambiente, y tampoco mejora la fricción para la alta temperatura que hemos obtenido en este proyecto.

### 4.3.2. Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L

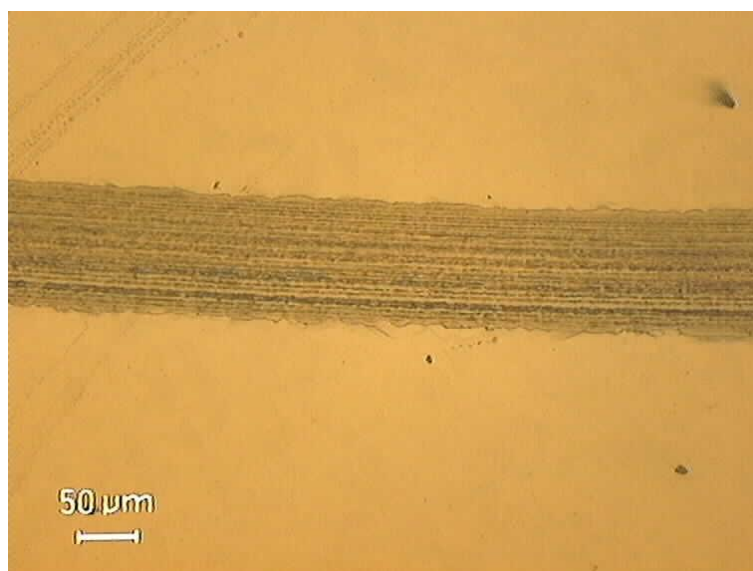
	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	$1,4 \cdot 10^{-3}$	$2,80 \cdot 10^{-6}$
<b>Desviación</b>	$5,11 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-6}$

**Tabla 4.11 Valores del volumen y tasa de desgaste (EM-636)**

Los valores mostrados en la Tabla 4.10 son los obtenidos para el volumen y tasa de desgaste que se han producido tras el uso de este lubricante. Comparándolos con el líquido EM-635 vemos que no existe ninguna diferencia significativa, ni disminución ni aumento en el volumen desgastado.

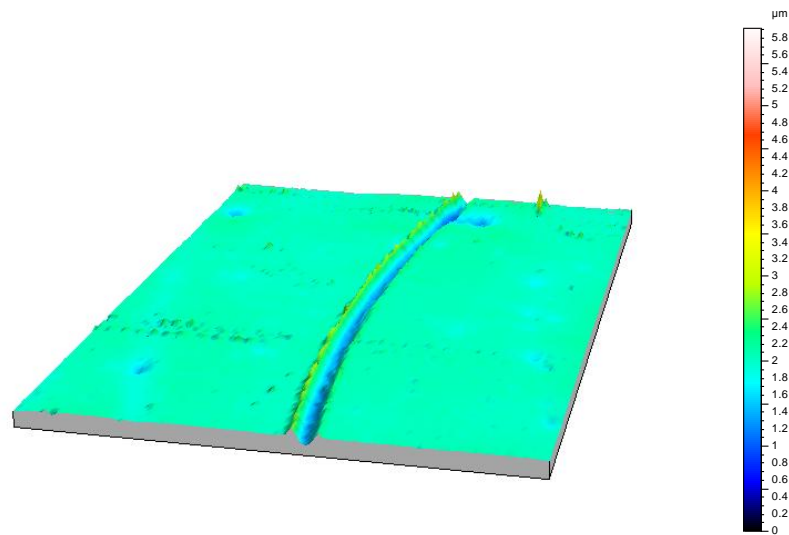
### 4.3.3. Mecanismos de desgaste

- Micrografía óptica de la huella tras el ensayo



**Figura 4.25 Micrografía óptica de la huella de desgaste 20x (EM-636)**

➤ Microperfilometría tridimensional



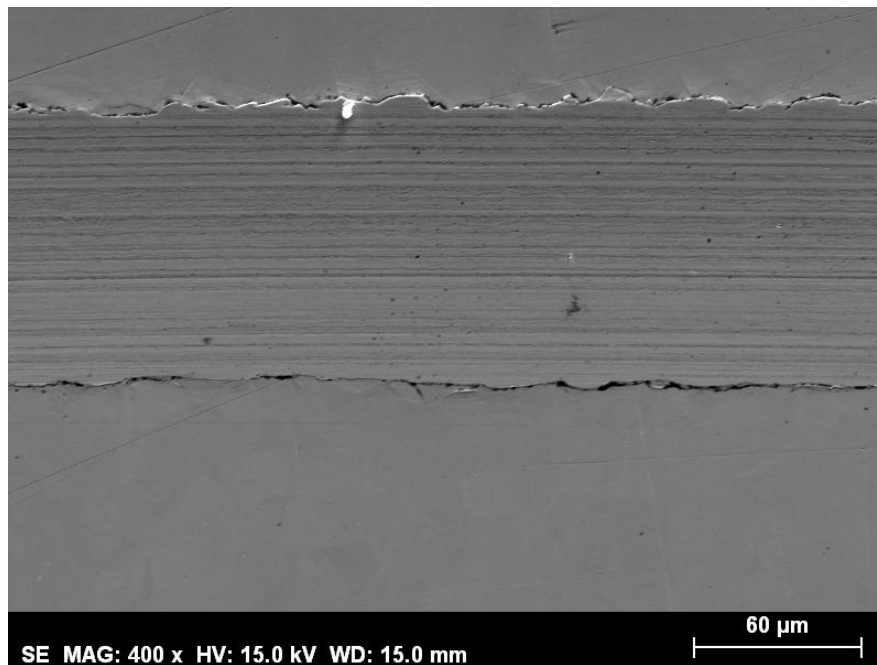
**Figura 4.26 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (EM-636)**

➤ Microscopía electrónica de barrido

De nuevo, se incluyen dos imágenes obtenidas por el microscopio electrónico de barrido a 100 y 400 aumentos para poder compararlas.



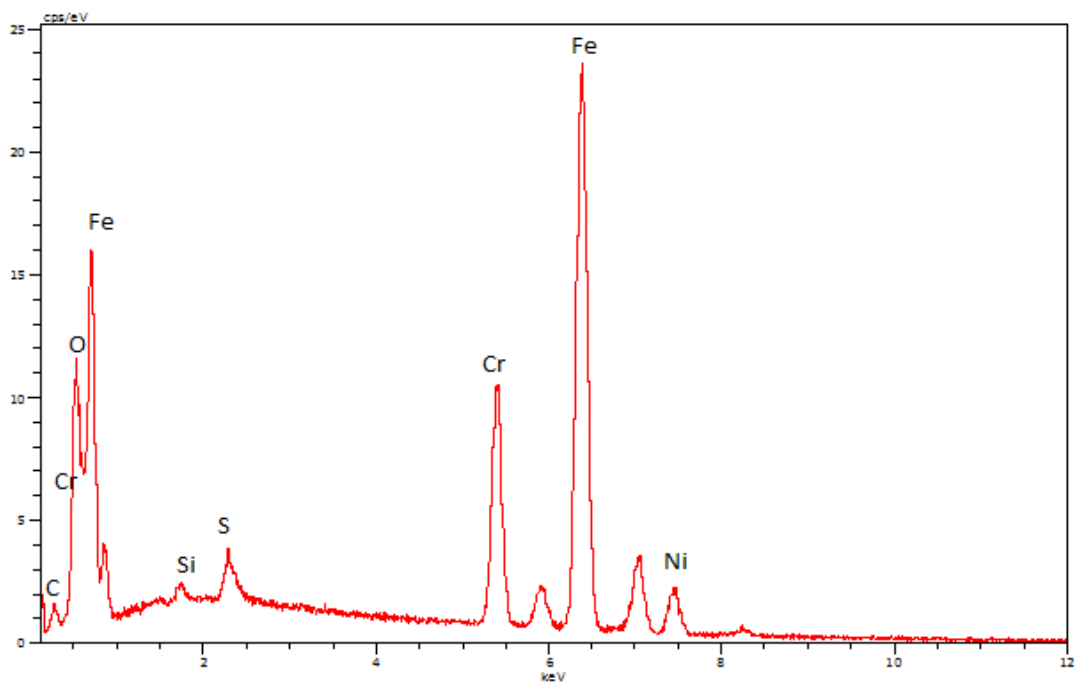
**Figura 4.27 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (EM-636)**



**Figura 4.28 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (EM-636)**

El desgaste que se produce es suave con líneas de abrasión paralelas dentro de la huella y una pequeña deformación plástica en los bordes de la huella, al igual que pasaba en los casos anteriores.

- Microanálisis mediante energías dispersivas (EDX)
  - Dentro de la huella



**Figura 4.29 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (EM-636)**

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
<b>Fe</b>	68,49	60,19
<b>C</b>	0,73	2,98
<b>O</b>	3,76	11,54
<b>Ni</b>	9,76	8,16
<b>S</b>	1,12	1,72
<b>Si</b>	0,23	0,40
<b>Cr</b>	15,90	15,01

Tabla 4.12 . Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (EM-636)

- Fuera de la huella

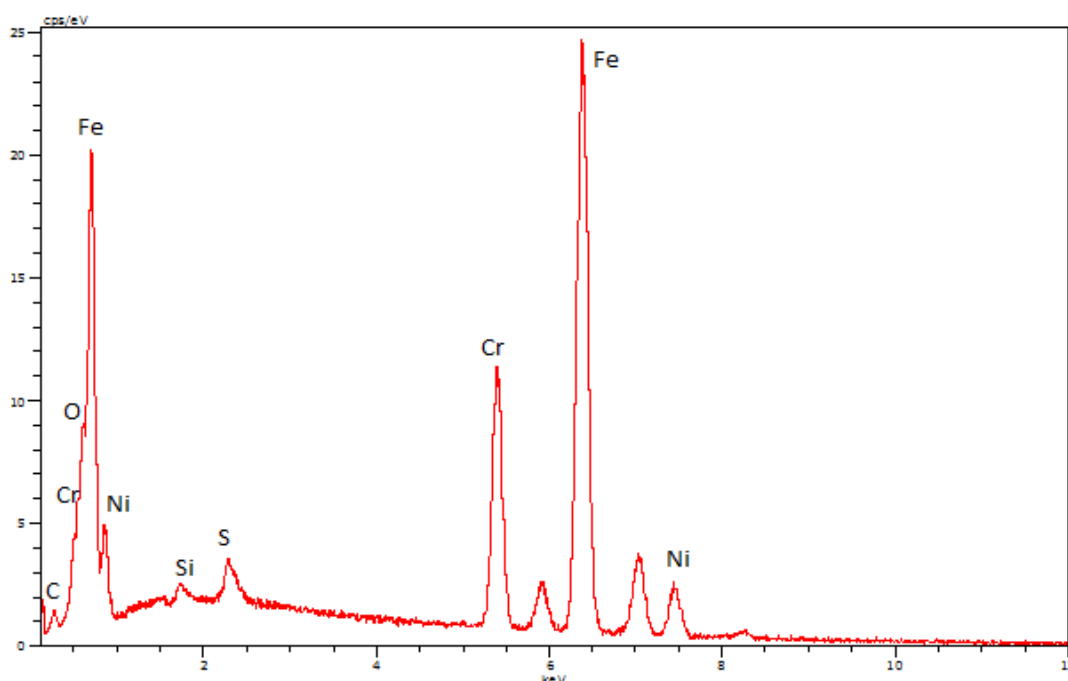


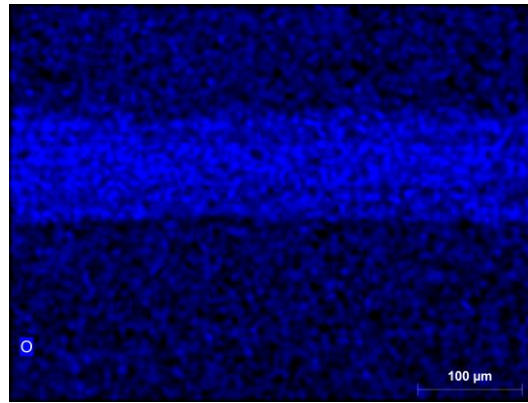
Figura 4.30 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (EM-636)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
<b>Fe</b>	70,51	67,27
<b>C</b>	0,71	3,13
<b>O</b>	0,13	0,43
<b>Ni</b>	10,36	9,41
<b>S</b>	1,10	1,83
<b>Si</b>	0,36	0,68
<b>Cr</b>	16,83	17,25

Tabla 4.13 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (EM-636)

Comparando los resultados en las dos zonas de la probeta no se observa ningún cambio en las cantidades de elementos presentes, salvo en el oxígeno como pasaba en el anterior caso.





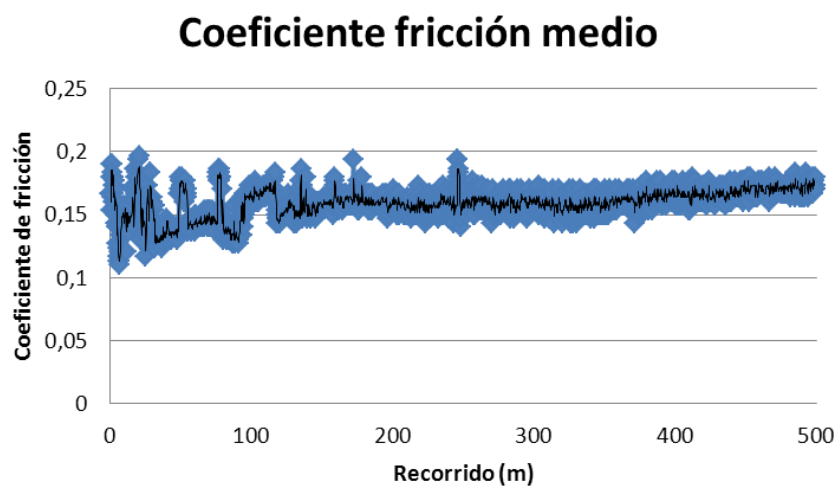
**Figura 4.31 Mapa elemental de oxígeno presente en la zona estudiada (EM-636)**

Esta imagen muestra la oxidación que se produce tras el ensayo en la zona de la huella sobre la probeta.

#### 4.4. EM - 638

El estudio que se ha realizado con este último líquido nuevo es idéntico a los anteriores a temperatura ambiente.

##### 4.4.1 Evolución del coeficiente de fricción.



**Figura 4.32 Representación gráfica del coeficiente de fricción medio frente al recorrido (EM-638)**

Como se comprueba con los datos siguientes, y también observando la gráfica de la evolución de los valores del coeficiente de fricción, este líquido es el que menor coeficiente de fricción presenta ante los ensayos que se han realizado.

Coeficiente de fricción medio	Desviación
0,154	0,012

**Tabla 4.14 Coeficiente de fricción medio (EM-638)**

#### 4.4.2 Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L

A continuación se muestran el volumen y tasa de desgaste calculados a partir de los datos obtenidos en el perfilómetro.

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	$1,30 \cdot 10^{-3}$	$2,61 \cdot 10^{-6}$
<b>Desviación</b>	$1,65 \cdot 10^{-4}$	$3,29 \cdot 10^{-7}$

Tabla 4.15 Valores del volumen y tasa de desgaste (EM-638)

Aunque la fricción haya resultado ser menor, el desgaste que se produce en la probeta es del mismo orden que el que se ha obtenido con los anteriores lubricantes nuevas, y por debajo del primero ensayado a alta temperatura.

#### 4.4.3 Mecanismos de desgaste

- Micrografía óptica de la probeta tras el ensayo

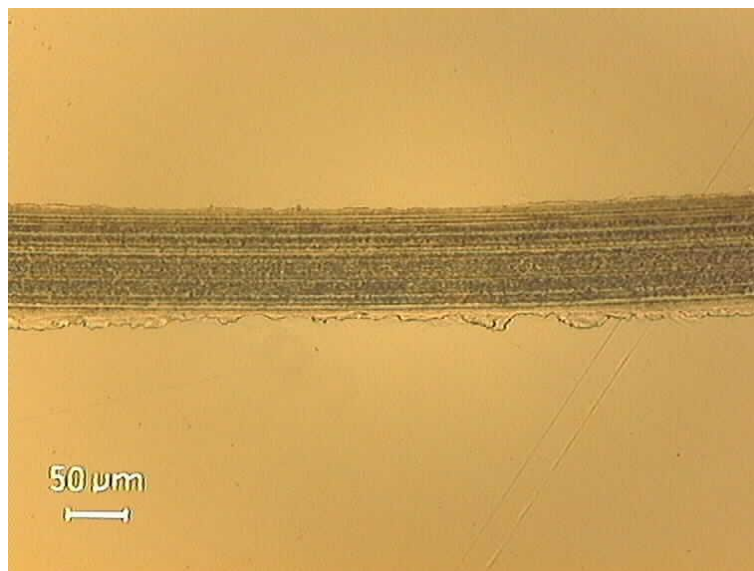
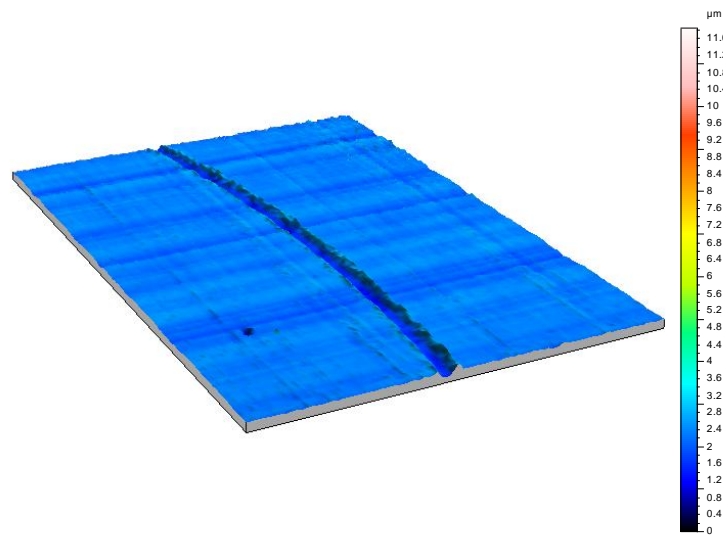


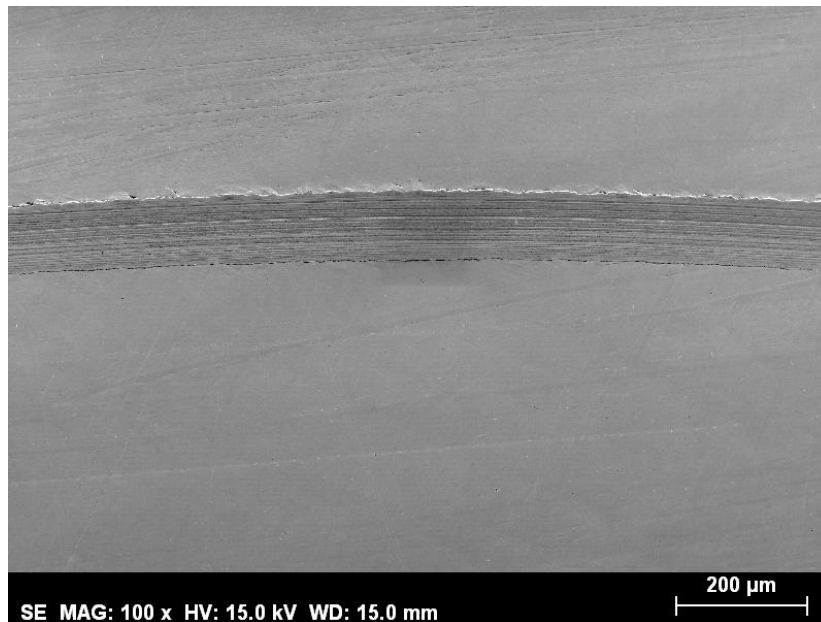
Figura 4.33 Micrografía óptica de la huella de desgaste (EM-638)

➤ Microperfilometría tridimensional



**Figura 4.34 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (EM-638)**

➤ Microscopía electrónica de barrido



**Figura 4.35 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (EM-638)**

Volvemos a ver un desgaste abrasivo más severo que los anteriores, puesto de manifiesto por las líneas paralelas que se observan en la huella de desgaste producida tras el ensayo.

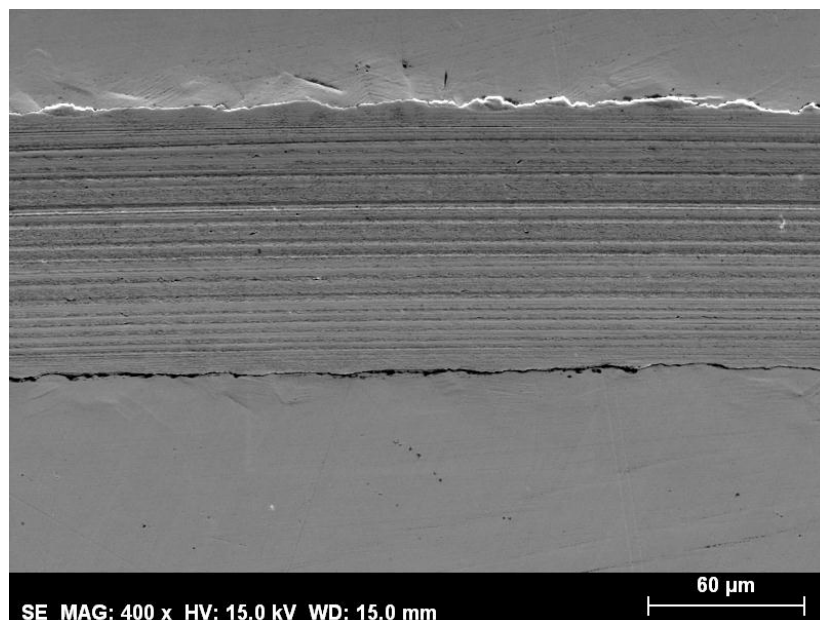


Figura 4.36 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (EM-638)

➤ Microanálisis mediante energías dispersivas (EDX)

- Dentro de la huella

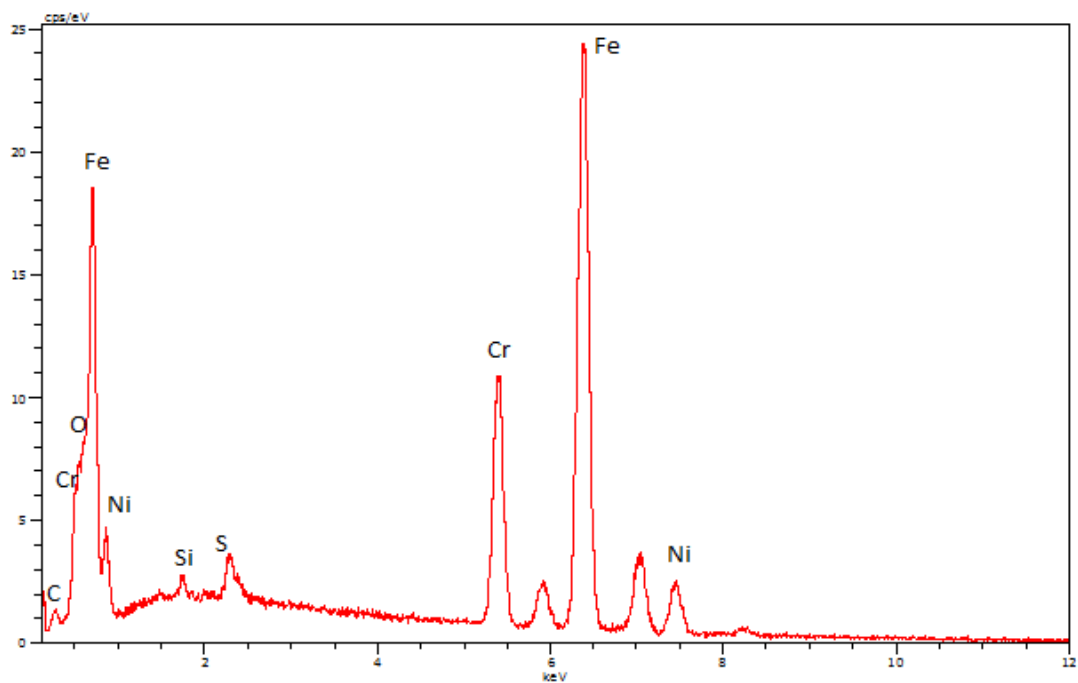


Figura 4.37 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (EM-638)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
Fe	69,92	65,47
C	0,66	2,86
O	1,02	3,33
Ni	10,47	9,33
S	1,07	1,74
Si	0,36	0,67
Cr	16,50	16,60

Tabla 4.16 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (EM-638)

- Fuera de la huella

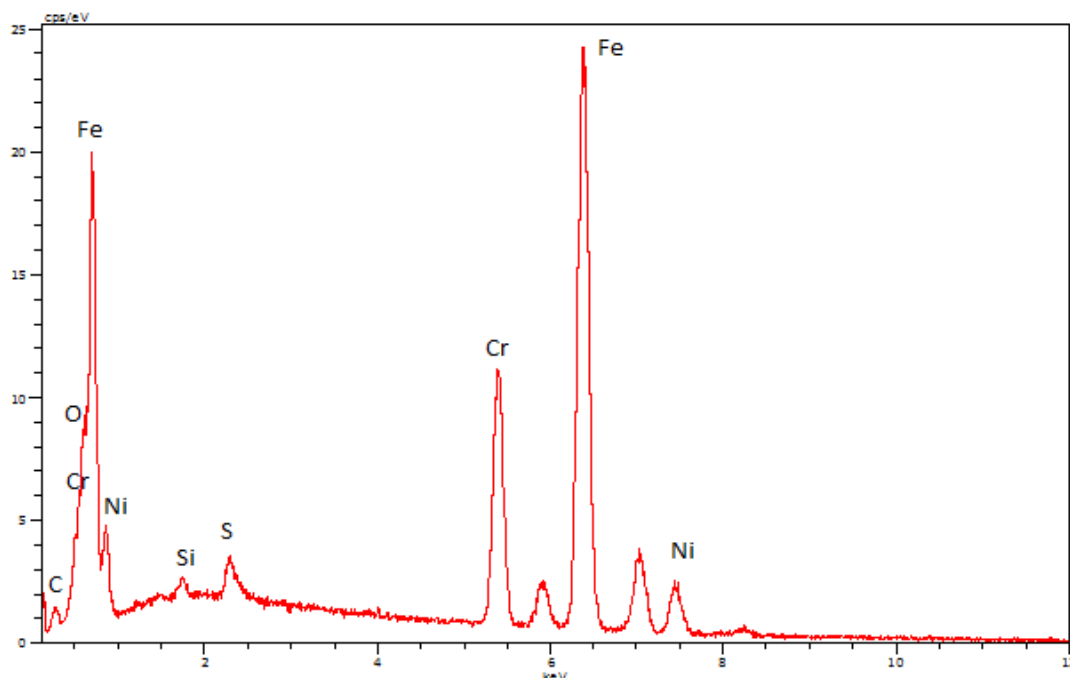


Figura 4.38 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (EM-638)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
Fe	70,14	66,87
C	0,71	3,14
O	0,13	0,45
Ni	10,42	9,45
S	1,07	1,77
Si	0,42	0,80
Cr	17,11	17,52

Tabla 4.17 Porcentajes en peso y atómico de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (EM-638)

En este caso la variación del oxígeno es menor que en los dos casos anteriores, pero aun así hay una pequeña oxidación en la zona de la huella tal y como se puede comprobar en el siguiente mapa.

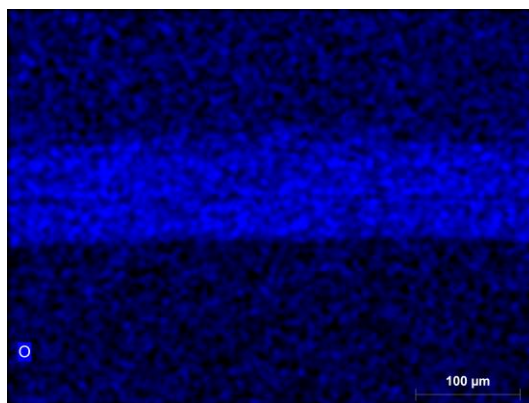


Figura 4.39 Mapa elemental de oxígeno presente en la zona de la huella estudiada (EM-638)

## 4.5. LNTf – 102

En el caso de este líquido iónico sólo hemos realizado un ensayo para poder comparar los resultados de los líquidos nuevos con este, debido a las similitudes entre sus estructuras químicas. Este ensayo ha sido en las mismas condiciones que los tres anteriores realizados a temperatura ambiente.

### 4.5.1. Evolución del coeficiente de fricción

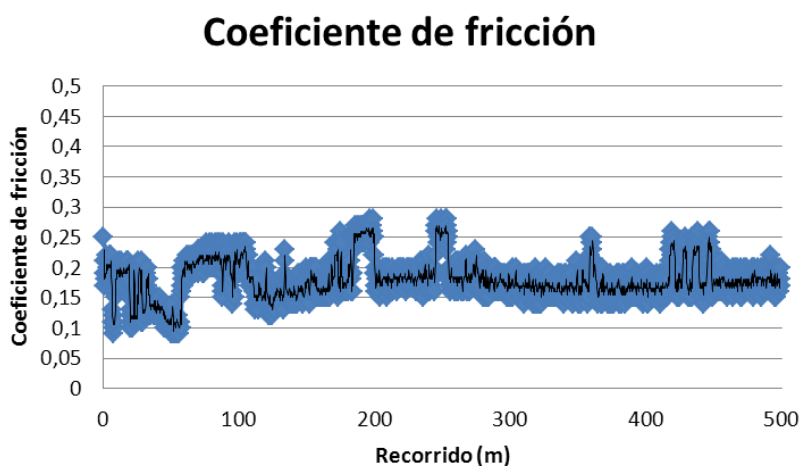


Figura 4.40 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido (LNTf-102)

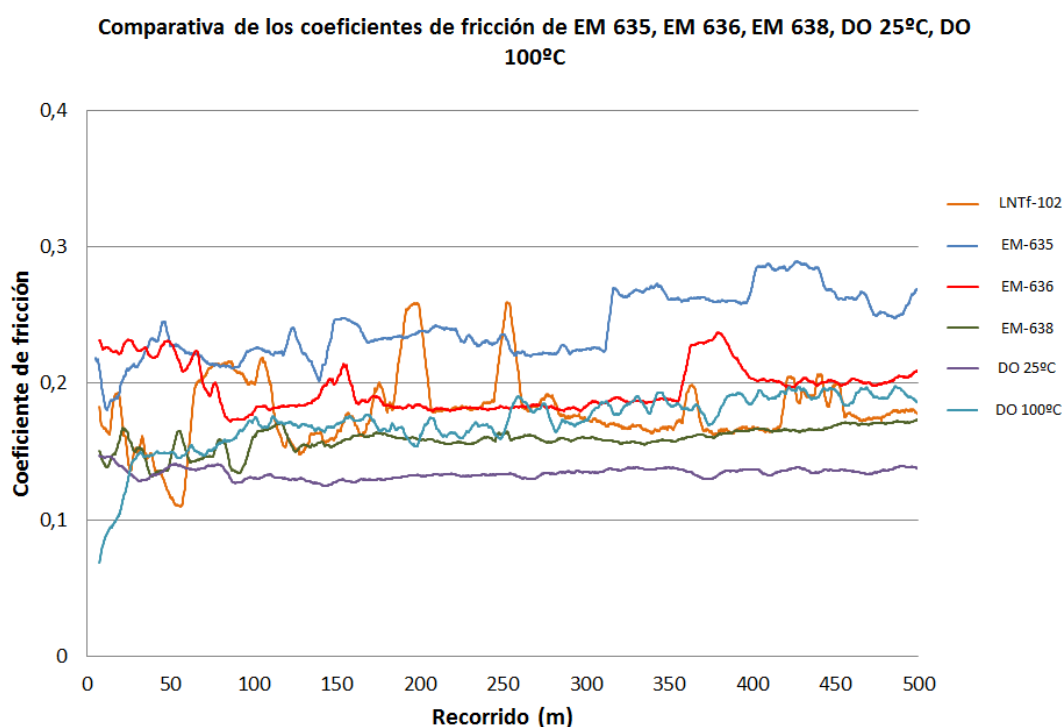
Coeficiente de fricción
0.180

El ensayo nos dio un valor de 0,18 para el coeficiente de fricción, que vemos está dentro de los valores obtenidos para los tres nuevos líquidos iónicos ensayados con anterioridad.

	DO Tªambiente	DO 100°C	EM-635	EM-636	EM-638	LNTf- 102
Coefficiente de fricción	0,134	0,171	0,241	0,197	0,154	0,180
Tasa de desgaste	$4,60 \cdot 10^{-7}$	$1,22 \cdot 10^{-4}$	$2,16 \cdot 10^{-6}$	$2,80 \cdot 10^{-6}$	$2,61 \cdot 10^{-6}$	$2,46 \cdot 10^{-6}$

**Tabla 4.18 Comparativa de los coeficientes de fricción y tasas de desgaste de los líquidos iónicos estudiados**

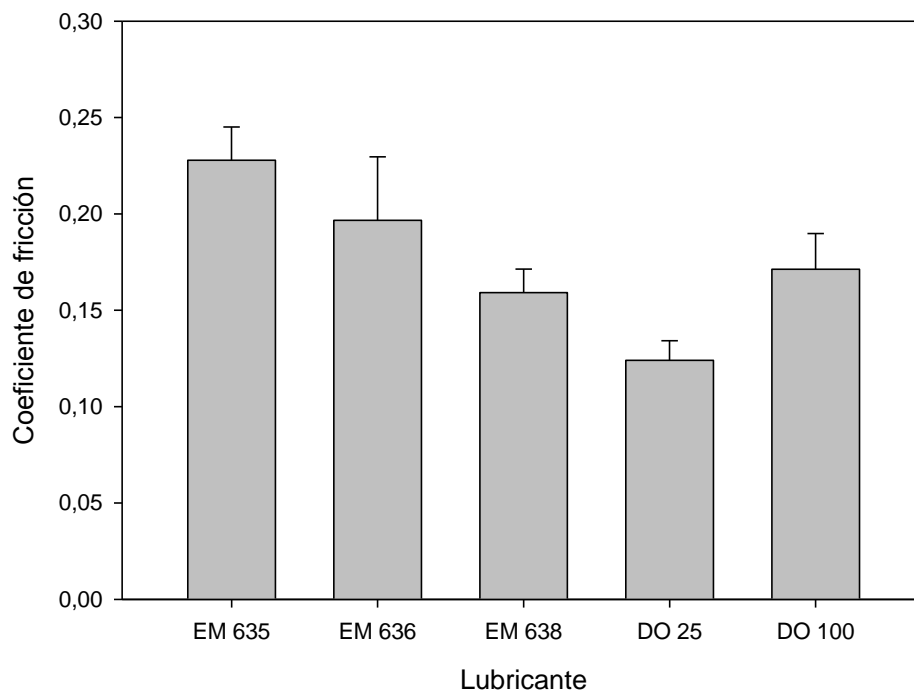
Al comparar los valores de los coeficientes de fricción de los tres líquidos iónicos nuevos con los del oleato (DO) a temperatura ambiente y a 100°C, se comprueba que el de este último es menor que el de los líquidos EM-635 y EM-636, mientras que en el caso del EM-638 la fricción que presentan los ensayos es menor que la del oleato a temperatura ambiente y a 100°C. El valor del coeficiente de fricción del LNTf-102 es del mismo orden que el obtenidos en los ensayos con el oleato.



**Figura 4.41 Representación gráfica comparativa de los coeficientes de fricción frente al recorrido de los líquidos EM 635, EM 636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C**

Gracias a la comparativa anterior se ve claramente que el líquido nuevo EM-638 es el que presenta una fricción más próxima a la del DO a temperatura ambiente. Siendo este mismo líquido el que mejor coeficiente de fricción tiene de los tres líquidos iónicos nuevos ensayados. En la Figura 4.38 se pueden apreciar estas conclusiones de manera más clara.

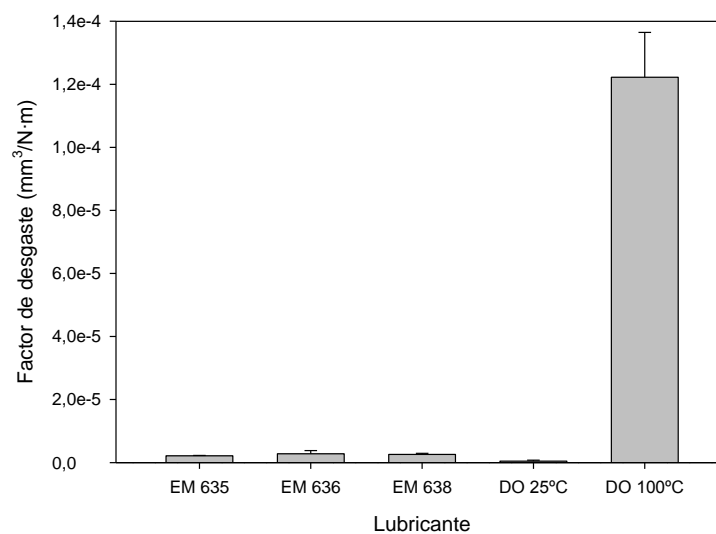
## Comparación coeficiente de fricción



**Figura 4.42** Gráfico de barras comparando los coeficientes de fricción de los líquidos iónicos EM - 635, EM - 636, EM - 638, DO 25°C, DO 100°C

En cuanto a las tasas de desgaste, todas las de los líquidos iónicos nuevos son mayores en un orden de magnitud respecto a la del DO a temperatura ambiente. Sin embargo, son menores en dos órdenes de magnitud respecto a la del DO a 100°C

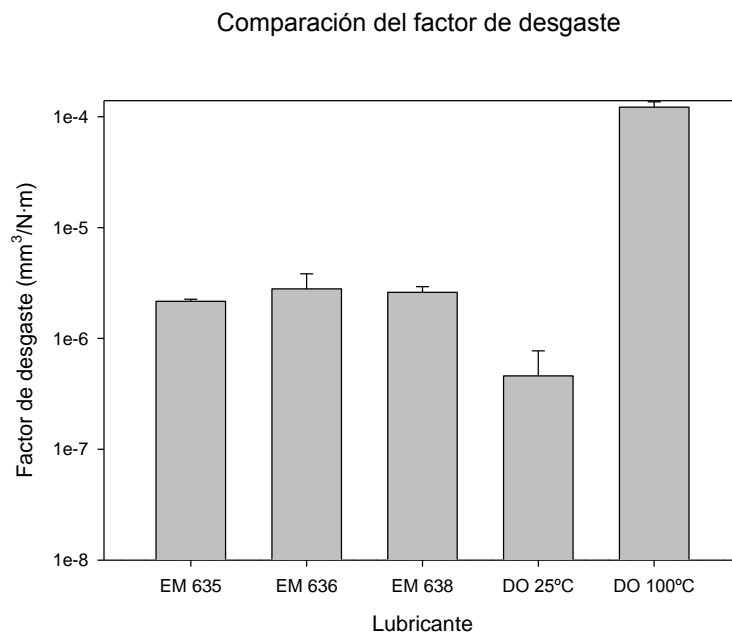
## Comparación del factor de desgaste



**Figura 4.43** Gráfica comparativa de las tasas de desgaste

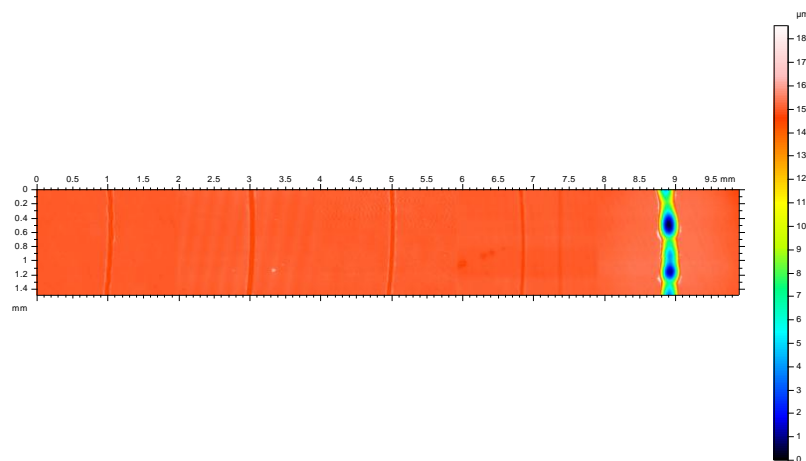
Cambiamos a escala logarítmica el eje del factor de desgaste para poder apreciar las diferencias entre los cinco líquidos.



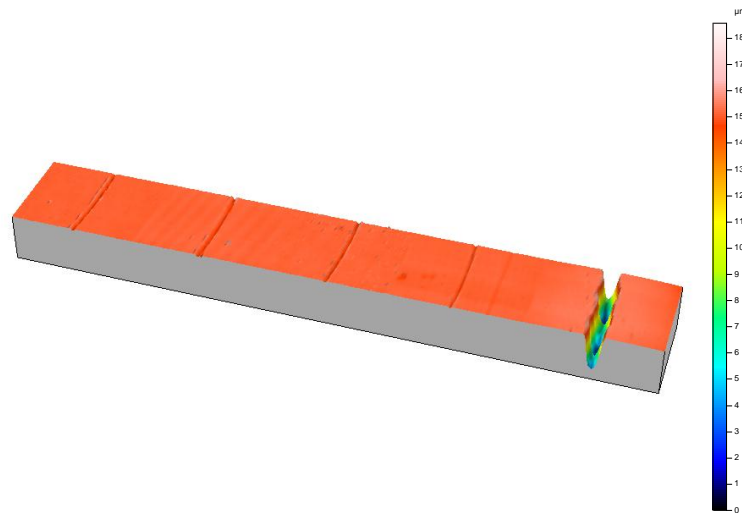


**Figura 4.44** Gráfica comparativa de las tasas de desgaste con escala logarítmica del eje Y

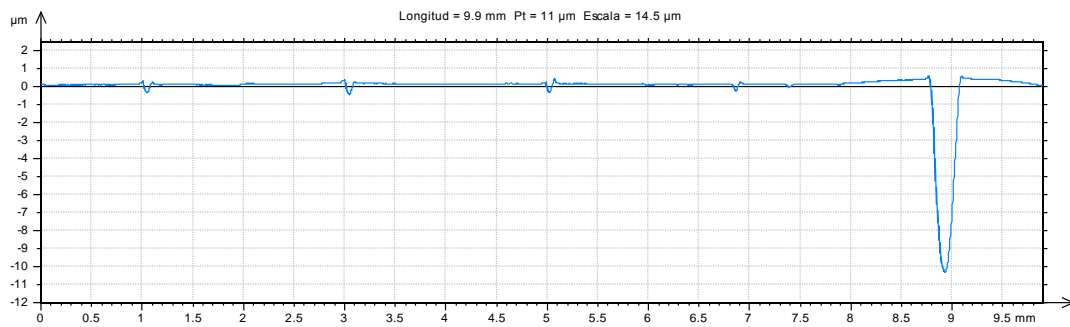
A continuación se muestra una comparativa de los datos obtenidos en el perfilómetro con cada uno de los líquidos.



**Figura 4.45** Superficie alineada comparando los líquidos EM 635, EM636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C



**Figura 4.46 Perfil topográfico tridimensional comparando los líquidos EM 635, EM636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C**



**Figura 4.47 Perfil medio de la huellas comparando los líquidos EM 635, EM636, EM 638, DO 25°C, DO 100°C**

#### 4.5.2. Desgaste de la probeta de acero AISI 316 L

Al realizar sólo un ensayo no se pueden obtener valores medios ni una desviación que nos indique una buena toma de datos. El valor que se tiene para el volumen de desgaste es de  $1,23 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^3$ , siendo el de la tasa de desgaste igual a  $2,46 \cdot 10^{-6}$ .

Estos valores de desgaste son comparables a los medios obtenidos con los líquidos nuevos, pudiendo concluir un comportamiento en cuanto a fricción y desgaste semejante a estos, y más concretamente al último de ellos (EM- 638).

### 4.5.3. Mecanismos de desgaste

- Micrografía óptica de la probeta tras el ensayo

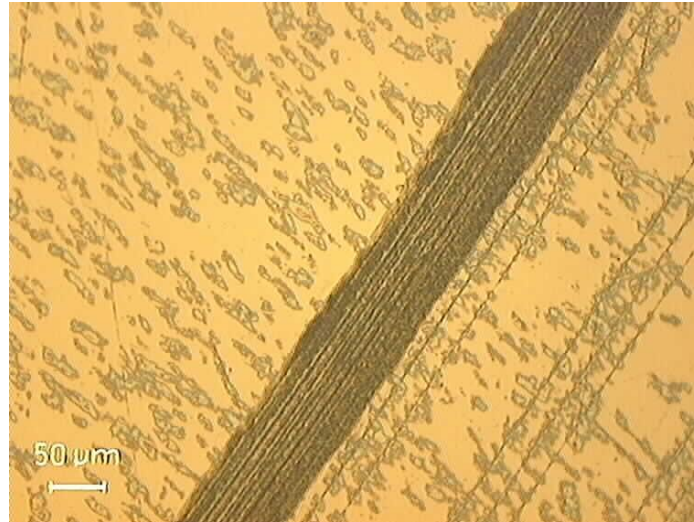


Figura 4.48 Micrografía óptica de la huella de desgaste a 20x (LNTf-102)

- Microperfilometría tridimensional

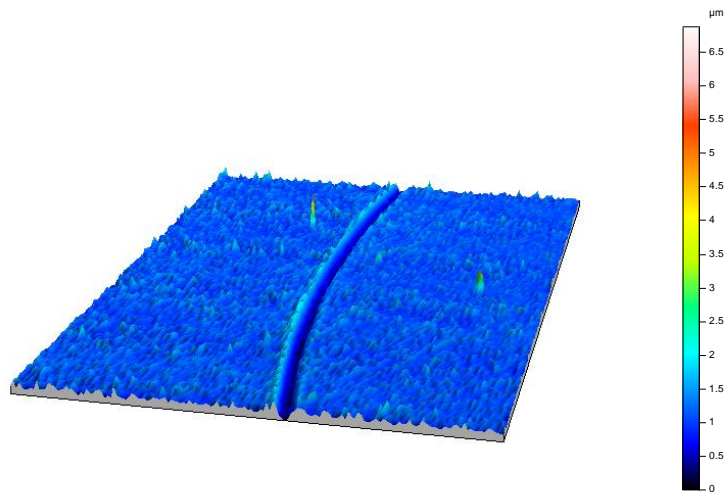


Figura 4.49 Perfil topográfico tridimensional de la huella de desgaste (LNTf-102)

➤ Microscopía electrónica de barrido

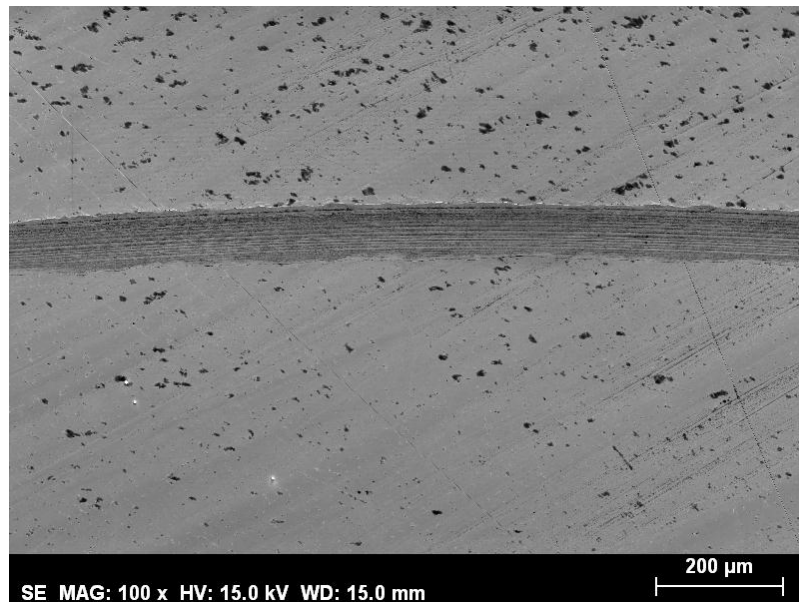


Figura 4.50 Micrografía electrónica a 100 aumentos de la huella de desgaste (LNTf-102)

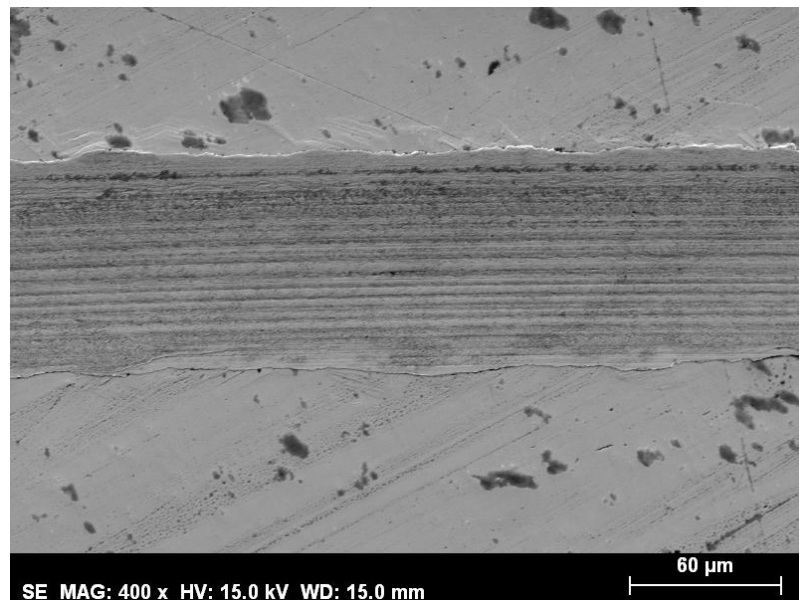


Figura 4.51 Micrografía electrónica a 400 aumentos de la huella de desgaste (LNTf-102)

Ambas imágenes muestran un mecanismo de desgaste abrasivo similar al anterior.

➤ Microanálisis mediante energías dispersivas (EDX)

Volvemos a estudiar dos puntos de la probeta para comprobar los elementos químicos presentes en ambas.

- Dentro de la huella

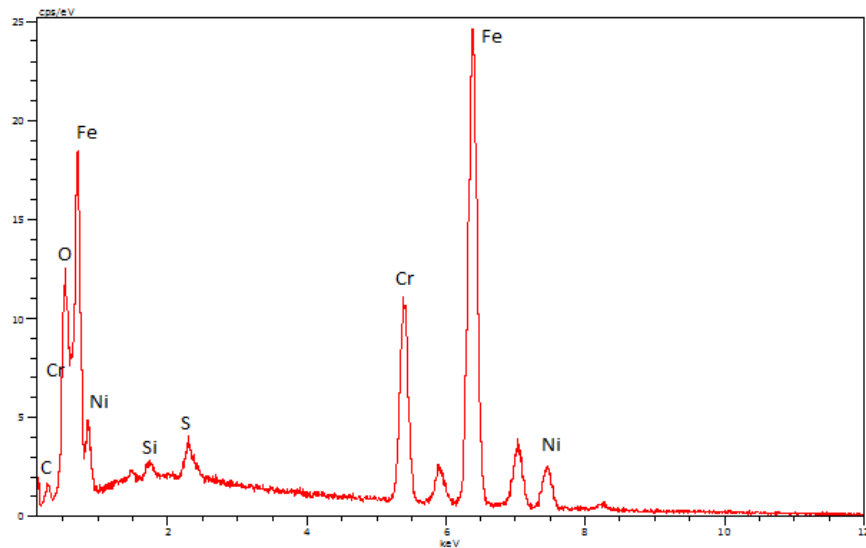


Figura 4.52 Espectro EDX dentro de la huella de desgaste (LNTf-102)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
<b>Fe</b>	67,61	59,45
<b>C</b>	0,76	3,10
<b>O</b>	3,63	11,13
<b>Ni</b>	10,55	8,83
<b>S</b>	1,14	1,74
<b>Si</b>	0,43	0,75
<b>Cr</b>	15,89	15,01

Tabla 4.19 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos dentro de la huella de desgaste (LNTf-102)

- Fuera de la huella

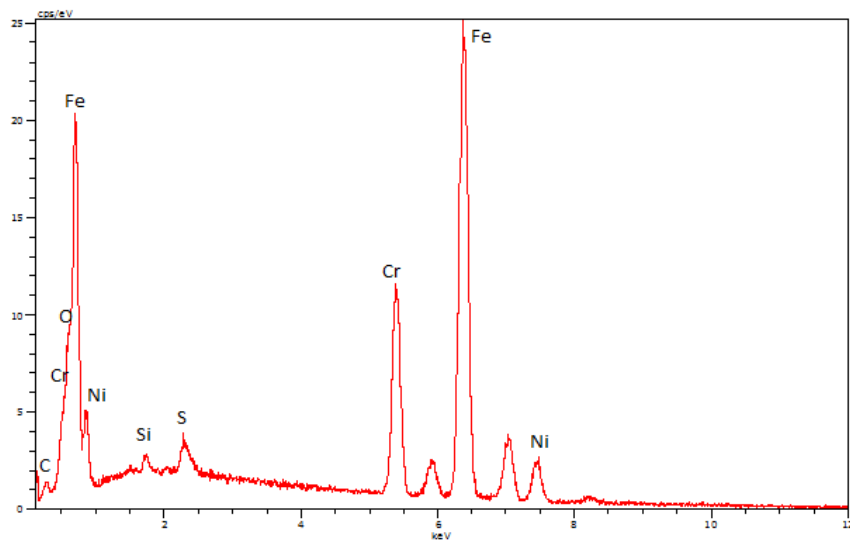
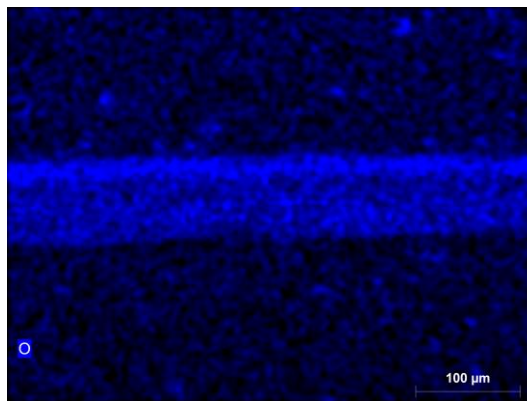


Figura 4.53 Espectro EDX fuera de la huella de desgaste (LNTf-102)

Elemento	Porcentaje en peso	Porcentaje atómico
<b>Fe</b>	70,56	67,31
<b>C</b>	0,72	3,18
<b>O</b>	0,14	0,48
<b>Ni</b>	10,22	9,28
<b>S</b>	1,00	1,66
<b>Si</b>	0,34	0,64
<b>Cr</b>	17,02	17,44

**Tabla 4.20 Porcentajes en peso y atómicos de los elementos químicos fuera de la huella de desgaste (LNTf-102)**

La oxidación en la zona de la huella se sigue produciendo en este ensayo, tal como podemos ver por el aumento de la cantidad de oxígeno en esta zona en el mapa elemental de la Figura 4.50.



**Figura 4.54 Mapa elemental de oxígeno presente en la zona estudiada (LNTf-102)**

## Capítulo V: Conclusiones

## 5. Conclusiones

### 5.1. Conclusiones finales

- Se ha ensayado el nuevo líquido iónico prótico oleato de bis-(2-hydroxietil)amonio como lubricante del par acero inoxidable/zafiro a alta temperatura (100°C), encontrándose un incremento del coeficiente de fricción del 78.22 % y de la tasa de desgaste de tres órdenes de magnitud con respecto a los resultados obtenidos en las mismas condiciones a temperatura ambiente.
- Se han estudiado tres nuevos líquidos iónicos apróticos derivados del catión tiazolio, con sustituyentes mono o poliéter, como lubricantes del contacto acero inoxidable/zafiro a temperatura ambiente. Los tres líquidos provocan una oxidación en la zona desgastada y el desgaste que producen es menor en dos órdenes de magnitud que el del primer líquido a alta temperatura.
- De estos tres nuevos líquidos iónicos apróticos, el que presenta un coeficiente de fricción menor es el que sólo contiene un grupo éter en la cadena lateral, siendo su tasa de desgaste comparable a la del resto, con mayor número de átomos de oxígeno o cadenas laterales más largas.
- Para comparar estos tres líquidos nuevos, se ha usado como referencia un derivado del catión imidazolio, que contiene dos nitrógenos en el anillo del catión en lugar de un nitrógeno y un azufre, y con el mismo anión (trifluorometanosulfonil)imida.
- Para cada uno de los líquidos iónicos ensayados se han determinado los procesos triboquímicos que tienen lugar en la interfase y la relación entre los coeficientes de fricción y la tasa de desgaste.
- De cara a estudios posteriores sería interesante comparar estos resultados con otros obtenidos con un acero de rodamientos, más duro que el acero inoxidable utilizado en el presente estudio. Del mismo modo, la combinación de ciertos aditivos podría conseguir una disminución de los coeficientes de fricción manteniendo el bajo desgaste que han mostrado los líquidos iónicos ensayados.



## Capítulo VI: Bibliografía

## 6. Bibliografía

- [1] T. Torimoto, T. Tsuda, K. Okazaki, and S. Kuwabata, *New Frontiers in Materials Science Opened by Ionic Liquids*, Advanced Materials, Vol. 22, no. 11, pp. 1196-1221
- [2] Ana Eva Jiménez Ballesta, Tesis Doctoral: *Fluidos Iónicos en Lubricación de Contactos Aluminio-Acero. Interacciones Superficiales y Triboquímicas*
- [3] Michael Freemantle, *Introduction to Ionic Liquids*
- [4] J. Vila, C. Franjo, J.M. Pico, L.M. Varela, O. Cabeza, *Temperature Behavior of the Electrical Conductivity of Emim-Based Ionic Liquids in Liquid and Solid States*
- [5] Michael E. Van Valkenburg, Robert L. Vaughn, Margaret Williams, John S. Wilkes, *Thermochemistry of ionic liquid heat-transfer fluids*, Thermochimica Acta 425 (2005): 181-188
- [6] O. O. Okoturo, T. J. VanderNoot, *Temperature Dependence of Viscosity for Room Temperature Ionic Liquids*, Journal of Electroanalytical Chemistry, 568 (2004): 167-181
- [7] Manuel Palacio, Bharat Bhushan, A Review of Ionic Liquids for Green Molecular Lubrication in Nanotechnology, Tribol Lett (2010) 40:247-268
- [8] B.S. Philips, J.S. Zabinski, *Ionic liquid lubrication effects on ceramics in a water environment*, Tribology letters, Vol 17, No. 3, October 2004
- [9] P.N. Bogdanovich, D.V. Tkachuk, *Temperature distribution over contact area and 'hot spots' in rubbing solid contact*, Tribology International 39 (2006), 1355-1360
- [10] Chen XC ; Liu G; Yuan S; Asumana C; Wang WB; Yu GR; *Extractive Desulfurization of Fuel Oils with Thiazolium-Based Ionic Liquids*, Separation Science and Technology (2012), Vol. 47: 819 - 826.
- [11] Yu FL; Zhang RL; Xie CX; Yu ST; *Polyether-substituted thiazolium ionic liquid catalysts - a thermoregulated phase-separable catalysis system for the Stetter reaction*, Green Chemistry (2010), Vol. 11: 1196 - 1200.
- [12] Hillesheim PC ;Mahurin SM; Fulvio PF; Yeary JS; Oyola Y; Jiang DE; Dai S; *Synthesis and Characterization of Thiazolium-Based Room Temperature Ionic Liquids for Gas Separations*, Industrial and Engineering Chemistry Research (2012), Vol.51: 11530 - 11537.
- [13] Wang QK; Zang HJ; Yang F; Cheng BW; Ren YL ; Xu XL; *Syntheses and Investigation of Properties of New Ionic Liquids Thiazolium Halogenide*, Advanced Textile Materials (2011), Vol. 332 - 334 : 2036 - 2039.
- [14] Espinosa T, Sanes J, Jiménez AE, Bermúdez MD, *Surface interactions, corrosion processes and lubricating performance of protic and aprotic ionic liquids with OFHC copper*. Appl. Surf. Sci., 2013, in press. DOI 10.1016/j.apsusc.2013.02.083.

## Anexo I: Ensayos tribológicos

## A. Ensayos tribológicos

En este anexo se presentan los datos de todos los ensayos que se han realizado, a partir de los cuales se han obtenido los resultados explicado en la memoria.

### A.1. Ensayos de lubricación con oleato 2-hidroxi dietanolamonio

Para este líquido se realizaron cuatro ensayos que se desarrollan a continuación.

#### A.1.1. Ensayo 1 (DO100T\_1)

- Evolución del coeficiente de fricción

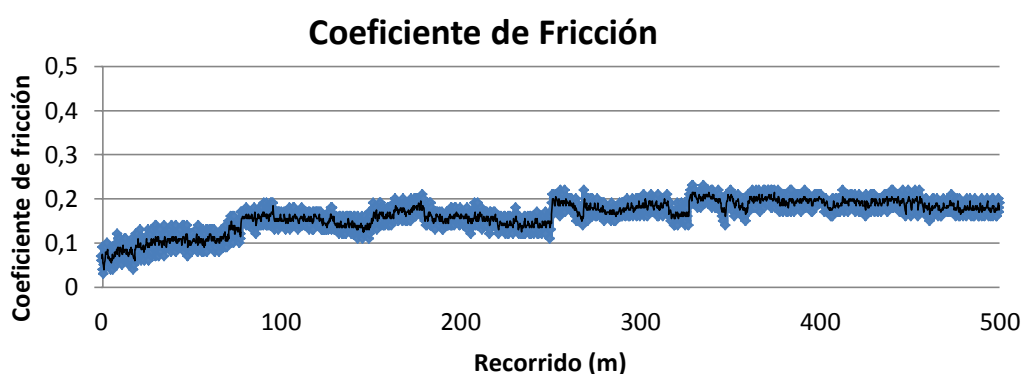


Figura 6.1 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T\_1

El valor del coeficiente de fricción medio es de 0,1917, con una desviación típica de 0,0361.

- Evolución de la temperatura del lubricante

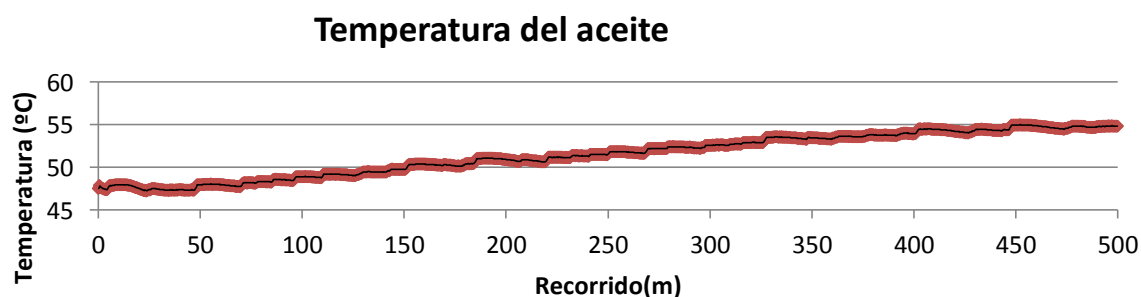


Figura 6.2 Representación gráfica de la temperatura del lubricante del ensayo DO100T\_1

La temperatura media del lubricante en el contacto es de 51,47 °C.

➤ Desgaste de la probeta

Los datos necesarios para obtener estos resultados se consiguen mediante el programa Talysurf del perfilómetro y son los siguientes: cuerda, volúmenes de pico y hueco y área exterior y de agujero. Todos ellos se calculan en cuatro puntos de la huella de desgaste.

• CUERDA

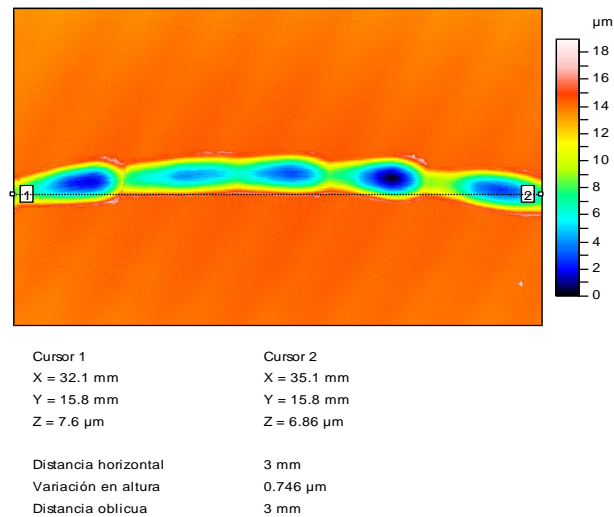


Figura 6.3 Cuerda de la huella arriba del ensayo DO100T\_1

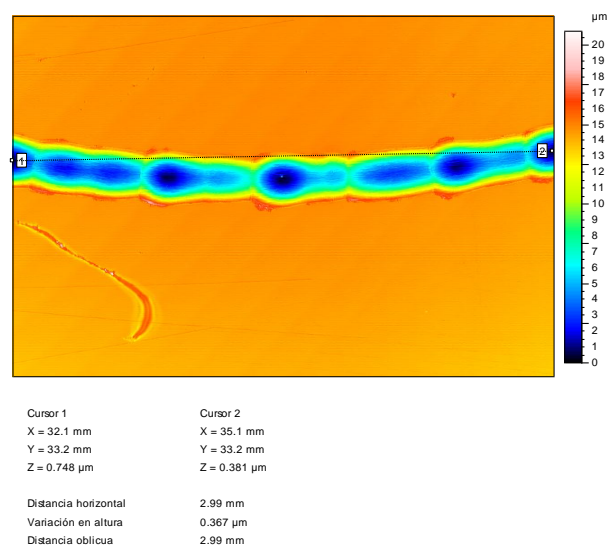


Figura 6.4 Cuerda de la huella abajo del ensayo DO100T\_1

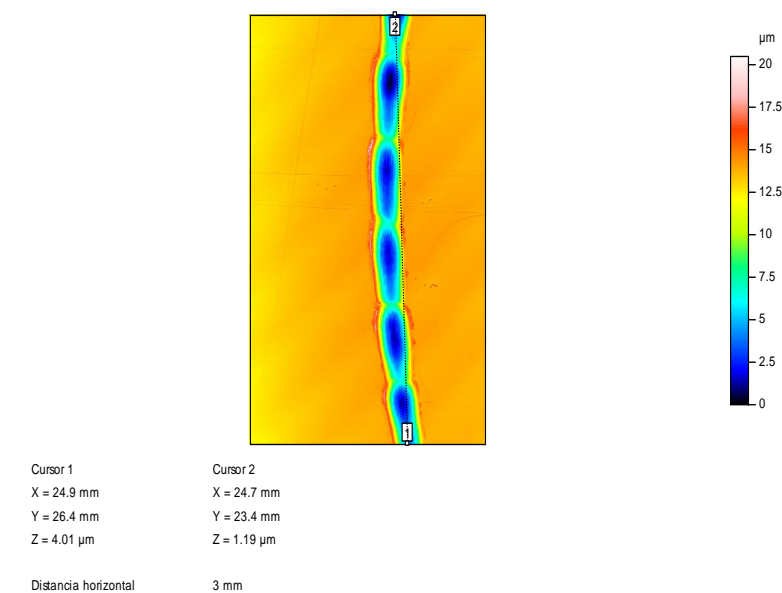


Figura 6.5 Cuerda de la huella izquierda del ensayo DO100T\_1

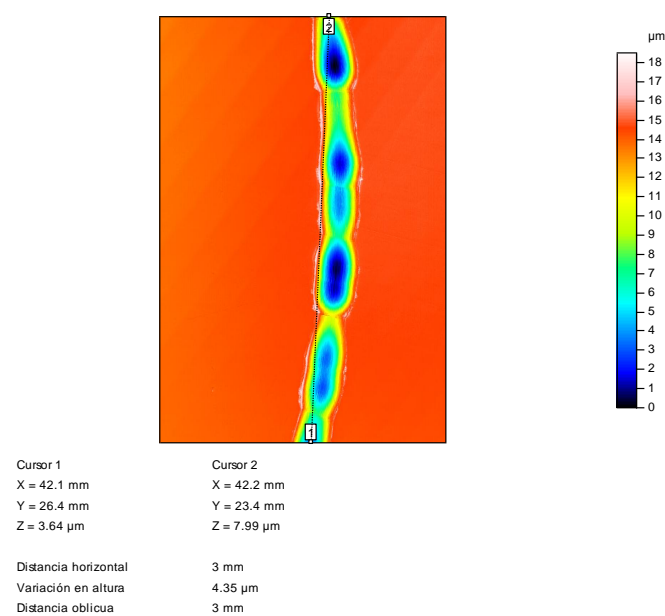


Figura 6.6 Cuerda de la huella derecha del ensayo DO100T\_1

- VOLUMEN DE LA HUELLA

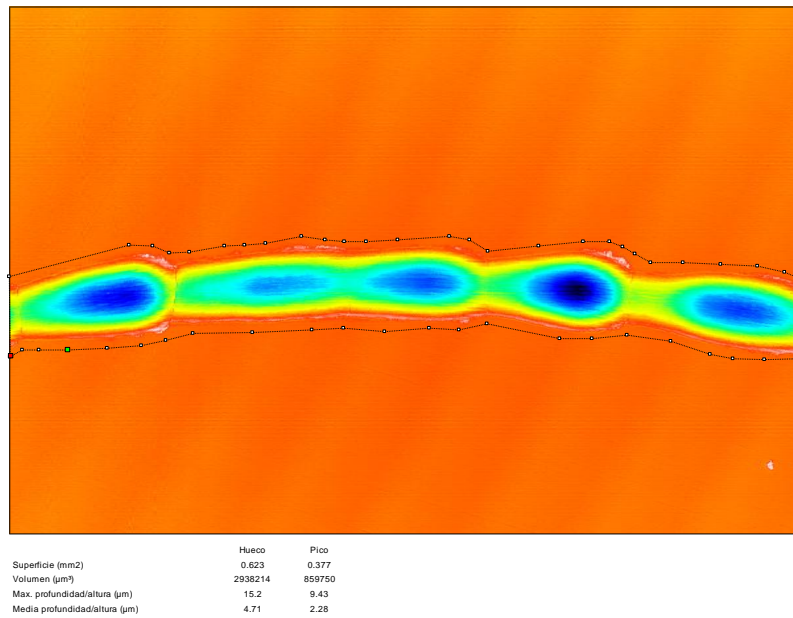


Figura 6.7 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de arriba del ensayo DO100T\_1

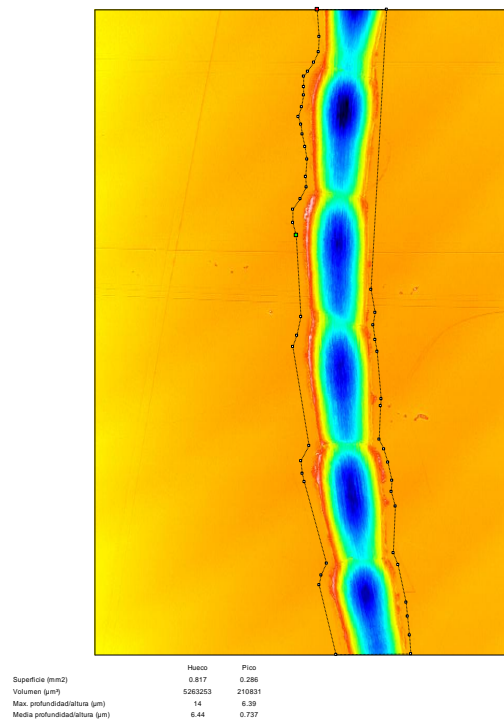


Figura 6.8 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de la izquierda del ensayo DO100T\_1

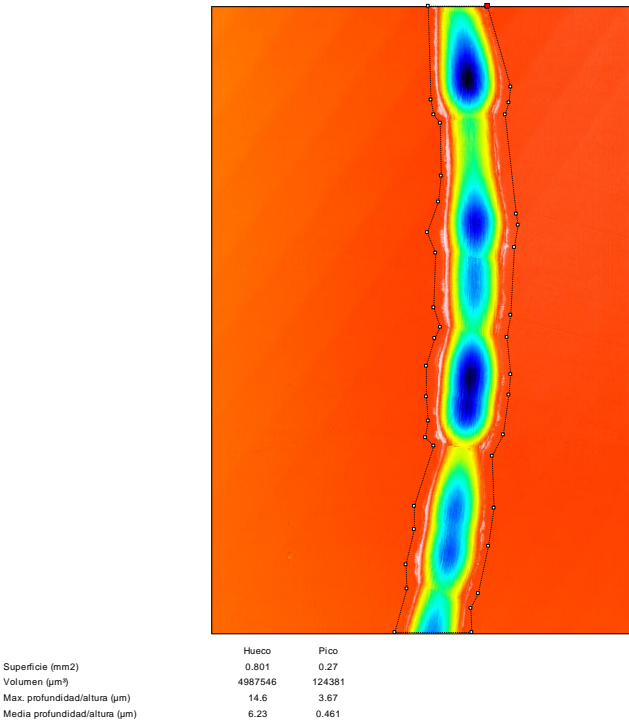


Figura 6.9 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de la derecha del ensayo DO100T\_1

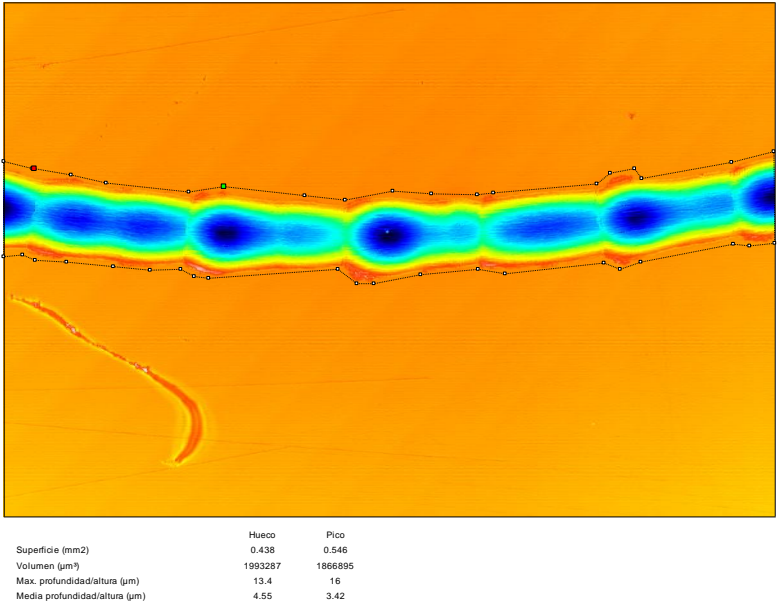


Figura 6.10 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella de abajo del ensayo DO100T\_1



● PERFIL MEDIO

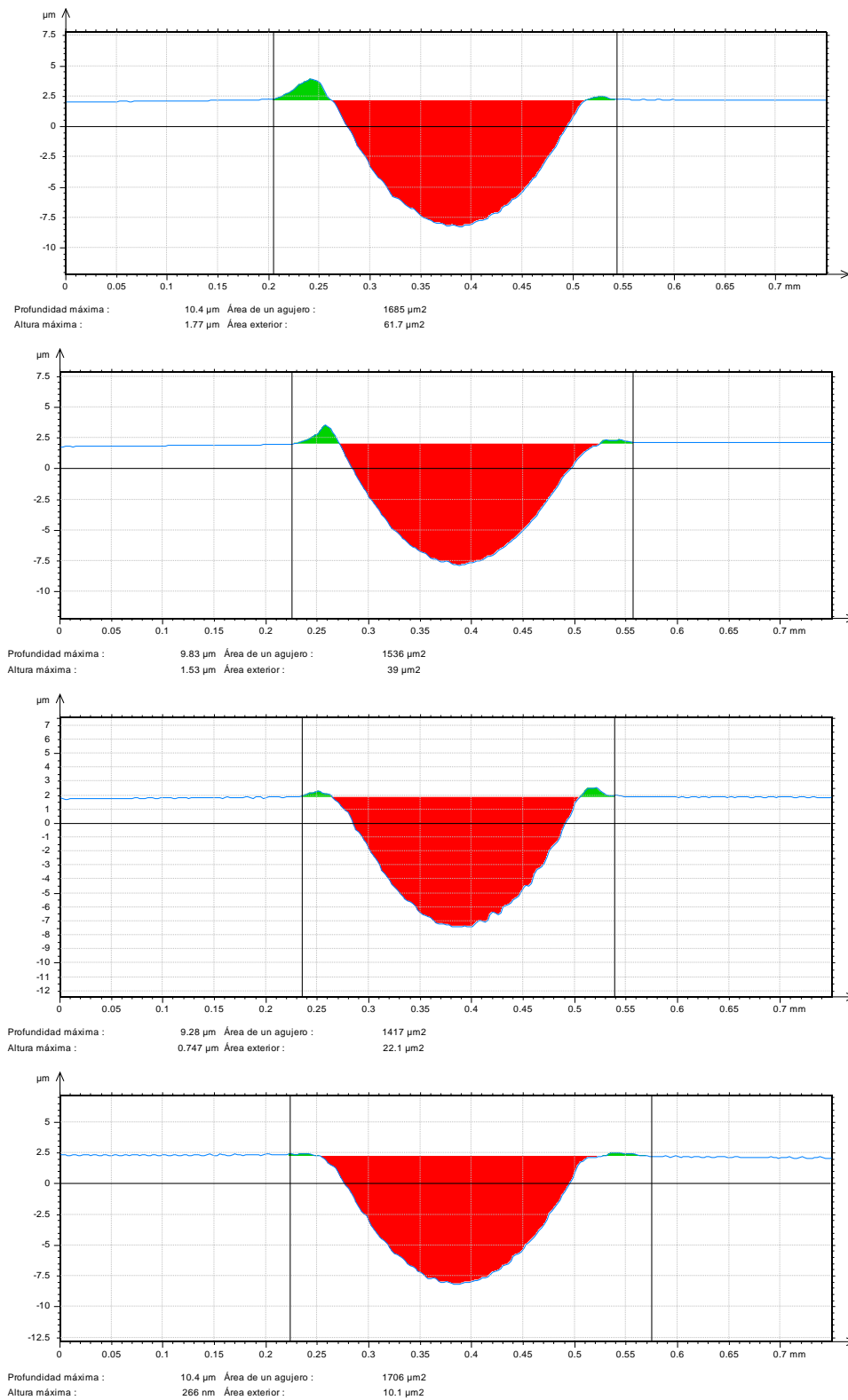


Figura 6.11 Perfiles medios de la huella con área de agujero y exterior. Ensayo DO100T\_1

Para calcular el volumen de desgaste se restan el volumen de hueco y de pico.

	Volumen de desgaste (mm³)	Tasa de desgaste (mm³/m·N)
Media	$5,69 \cdot 10^{-2}$	$1,14 \cdot 10^{-4}$
Desviación	$3,12 \cdot 10^{-2}$	$8,87 \cdot 10^{-5}$

Tabla 6.1. Tabla de valores del volumen y tasa de desgaste. Ensayo DO100T\_1

➤ Microperfilometría tridimensional

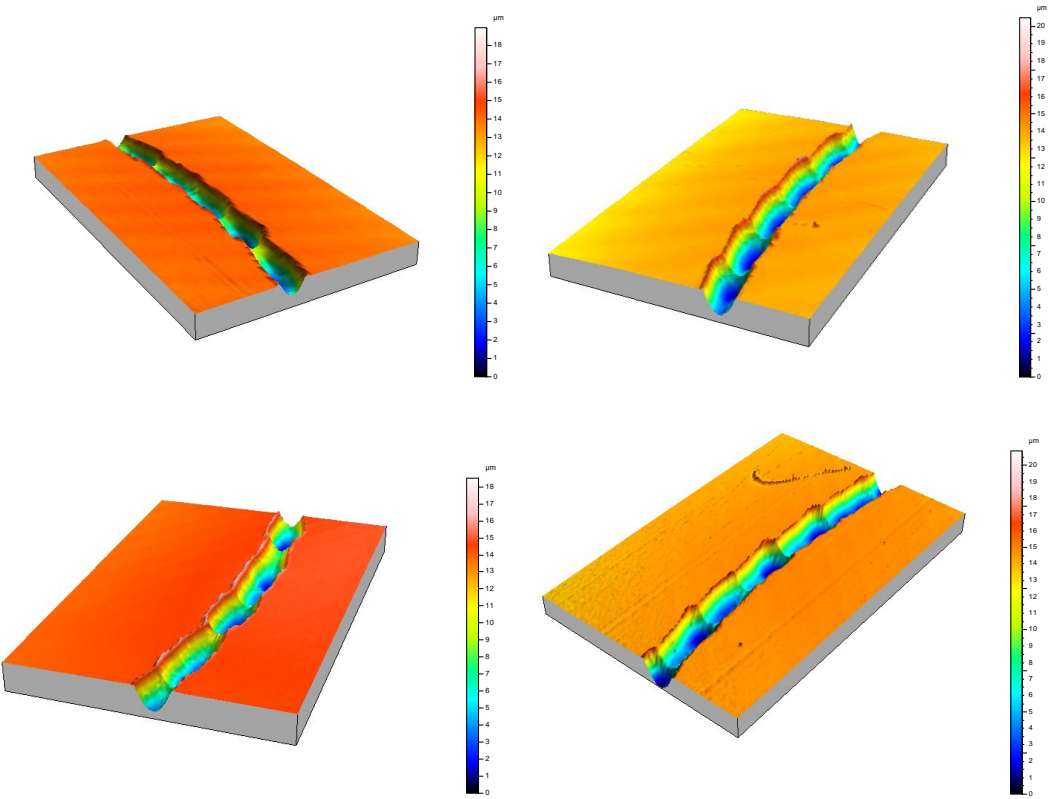
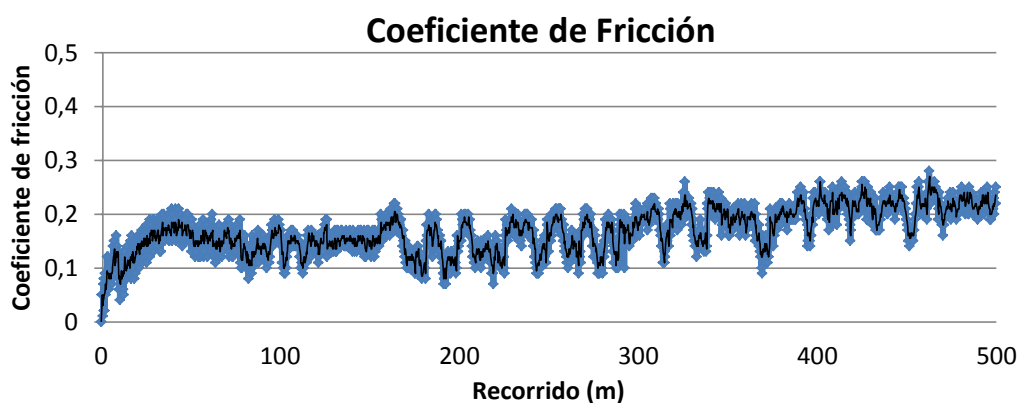


Figura 6.12 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T\_1

### A.1.2. Ensayo 2 (DO100T\_2)

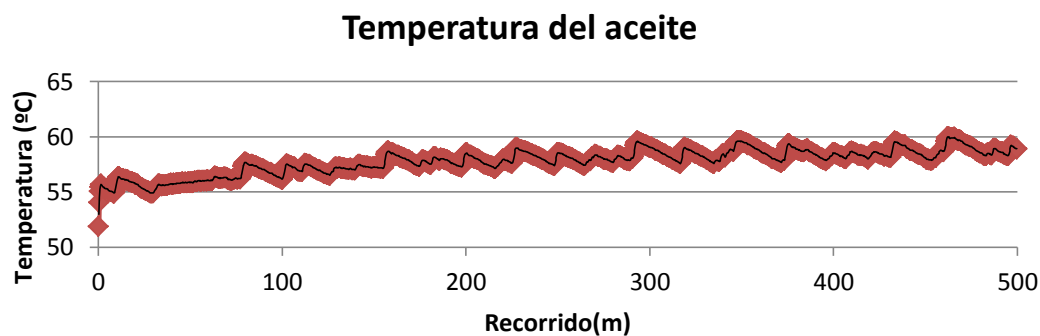
- Evolución del coeficiente de fricción



**Figura 6.13 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T\_2**

El coeficiente de fricción medio es 0,1688, con una desviación típica de 0,0420.

- Evolución de la temperatura en el contacto



**Figura 6.14 Representación gráfica de la temperatura del lubricante del ensayo DO100T\_2**

La temperatura media del lubricante en el contacto es de 57,77 °C.

- Desgaste de la probeta

Los datos necesarios son los mismos que en el ensayo anterior, por simplicidad se muestra uno de los cuatro puntos de estudio.

• CUERDA

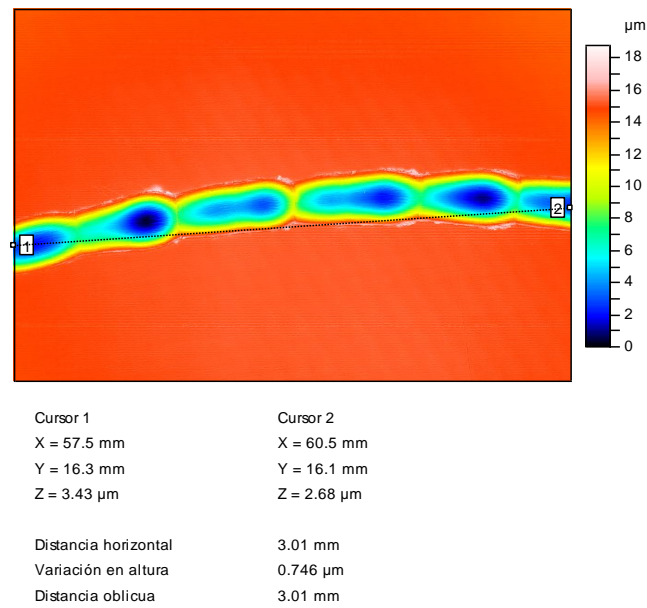


Figura 6.15 Cuerda de la huella arriba del ensayo DO100T\_2

• VOLUMEN DE LA HUELLA

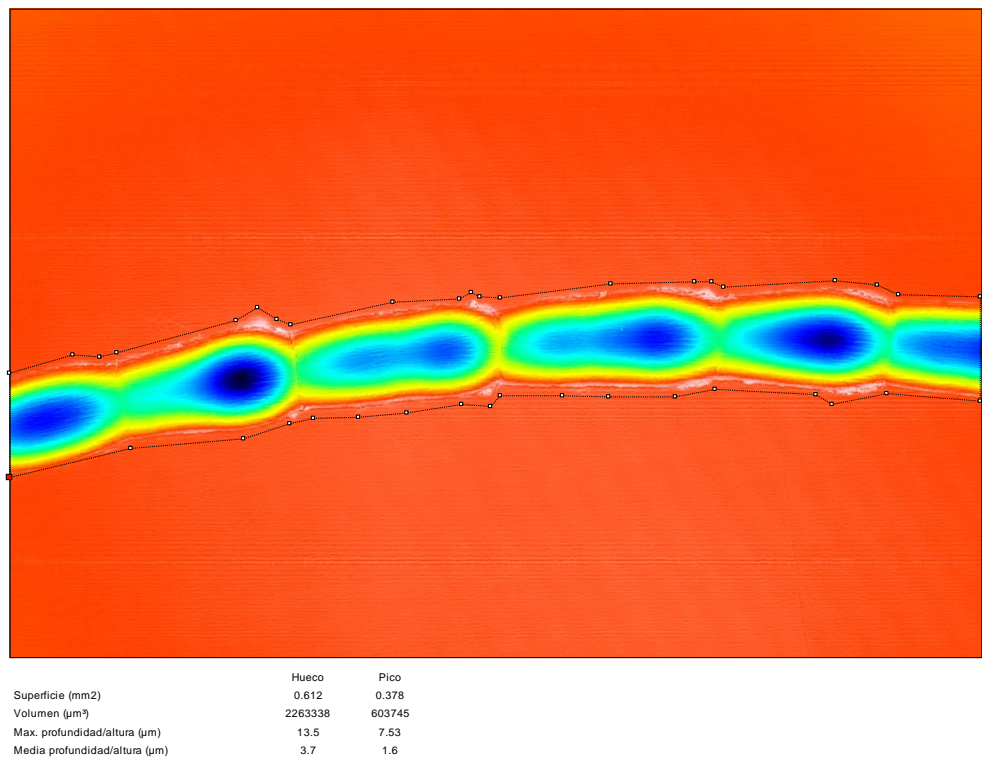


Figura 6.16 Cálculo del volumen de hueco y pico de la huella. Ensayo DO100T\_2

• PERFIL MEDIO

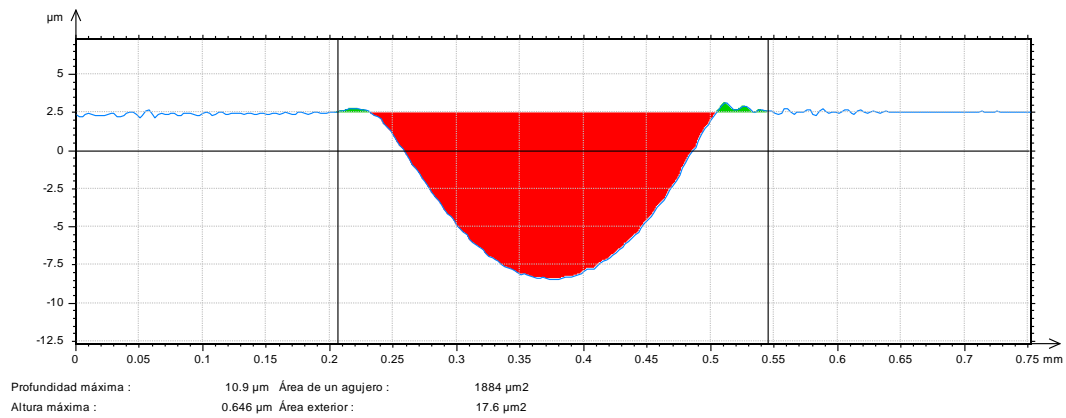


Figura 6.17 Perfil medio de la huella y cálculo de áreas exterior y de agujero. Ensayo DO100T\_2

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	$6,90 \cdot 10^{-2}$	$1,38 \cdot 10^{-4}$
<b>Desviación</b>	$4,49 \cdot 10^{-2}$	$8,98 \cdot 10^{-5}$

Tabla 6.2. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo DO100T\_2

➤ Perfilometría tridimensional

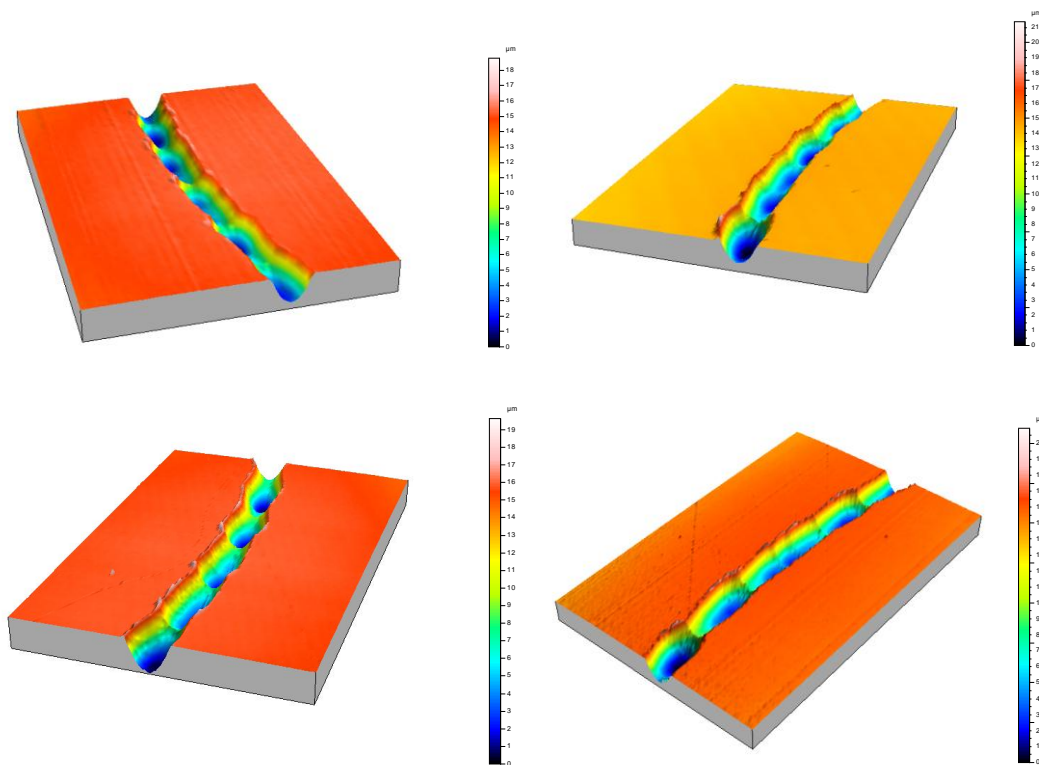


Figura 6.18 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T\_2

### A.1.3. Ensayo 3 (DO100T\_3)

- Evolución del coeficiente de fricción

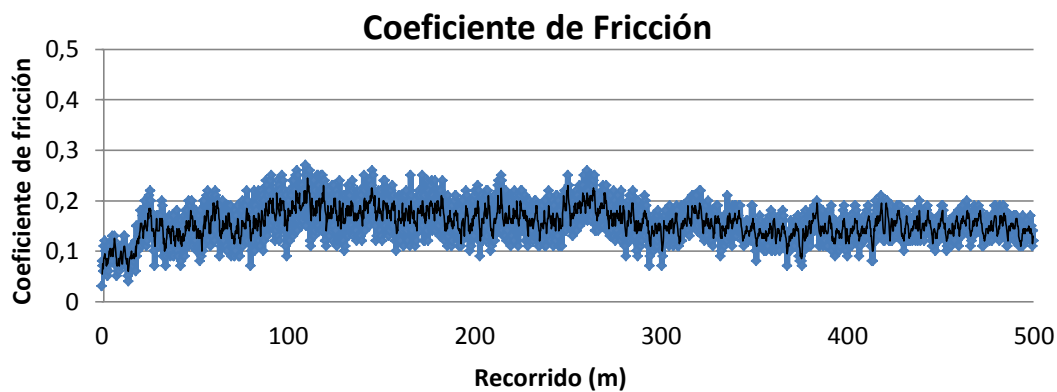


Figura 6.19 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T\_3

El valor del coeficiente de fricción medio es de 0,1563 con una desviación típica de 0,0379.

- Evolución de la temperatura en el contacto

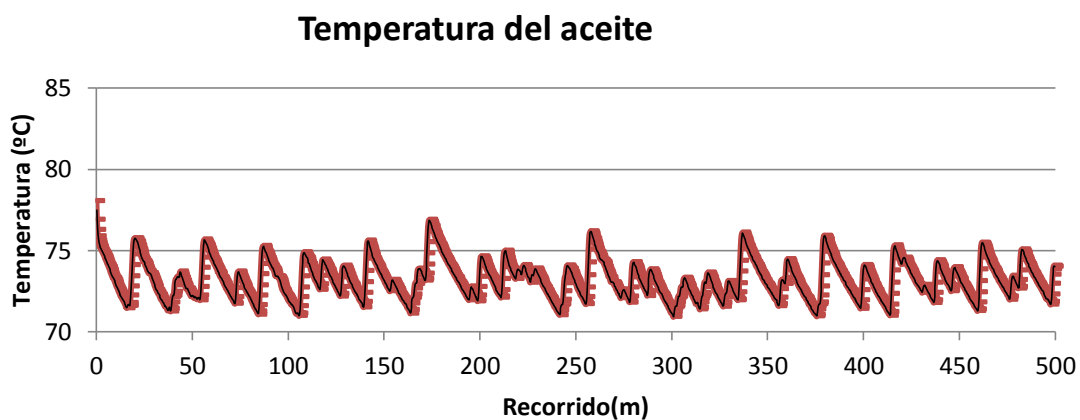


Figura 6.20 Representación gráfica de la temperatura del lubricante del ensayo DO100T\_3

La temperatura media del lubricante en el contacto es de 73,15°C.

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA

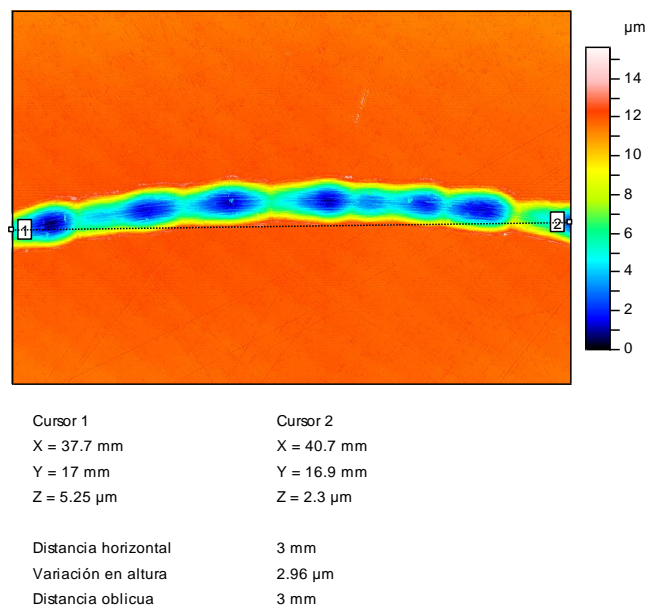


Figura 6.21 Cuerda de la huella del ensayo DO100T\_3

- VOLUMEN DE LA HUELLA

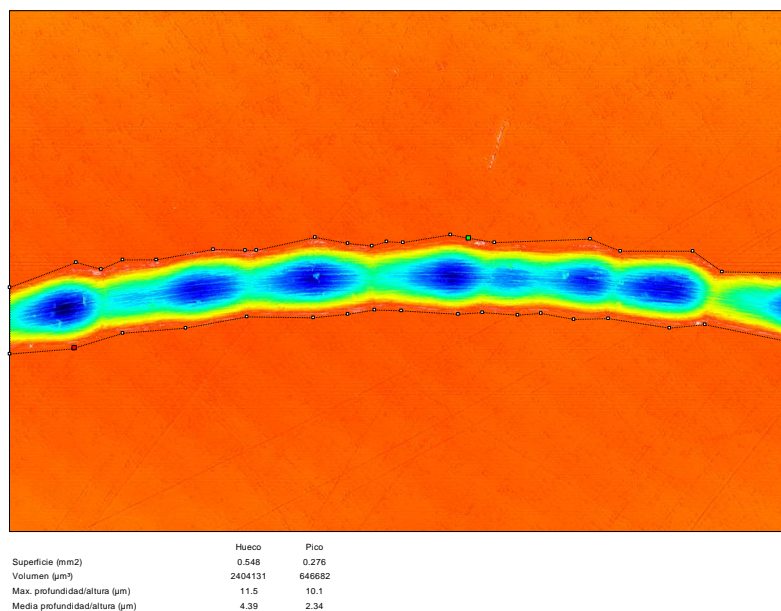


Figura 6.22 Cálculo del volumen de pico y hueco del ensayo DO100T\_3



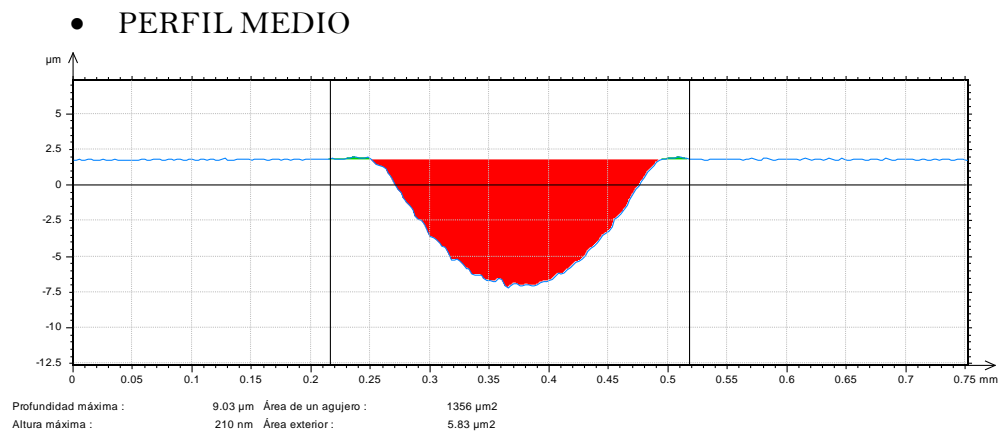


Figura 6.23 Perfil medio de la huella y cálculo de área exterior y de agujero del ensayo DO100T\_3

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
Media	$5,36 \cdot 10^{-2}$	$1,07 \cdot 10^{-4}$
Desviación	$2,98 \cdot 10^{-2}$	$5,95 \cdot 10^{-5}$

Tabla 6.3. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo DO100T\_3

➤ Microperfilometría tridimensional

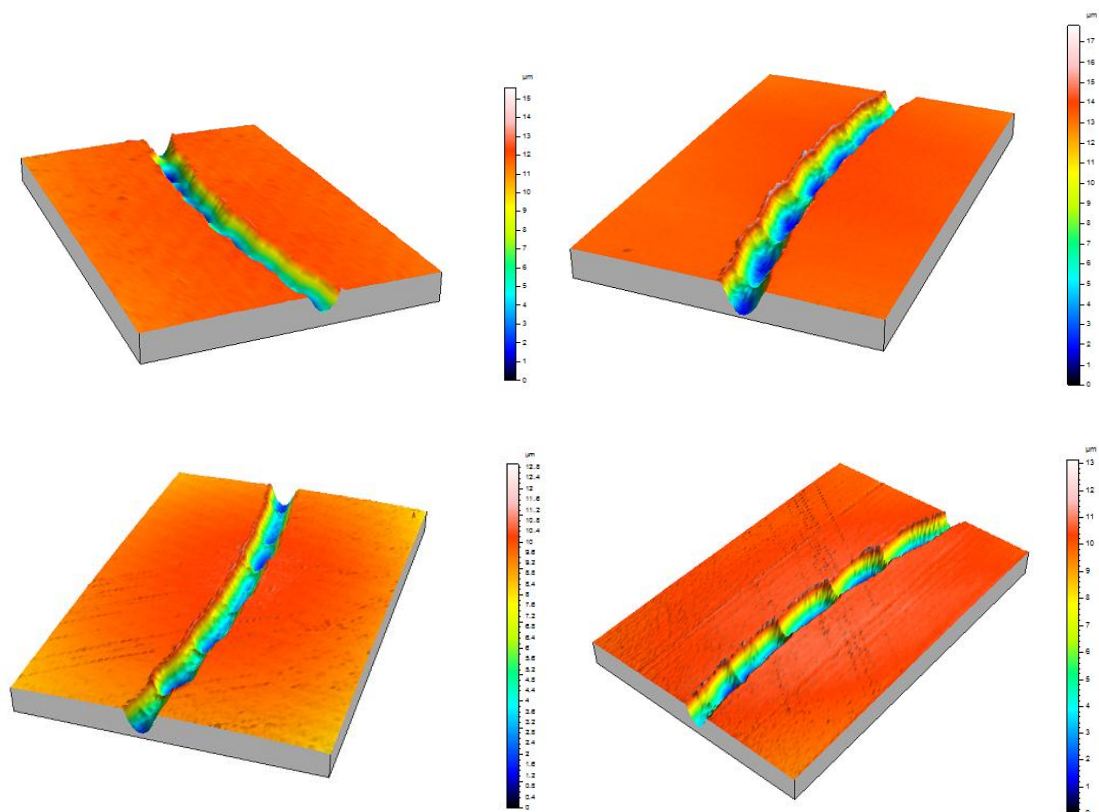


Figura 6.24 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T\_3



#### A.1.4. Ensayo 4 (DO100T\_4)

- Evolución del coeficiente de fricción

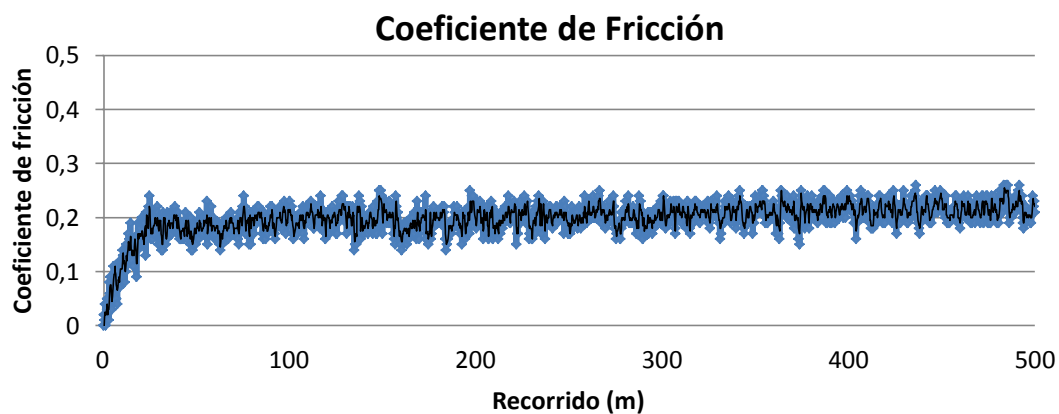


Figura 6.25 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo DO100T\_4

El coeficiente de fricción medio es de 0,1980 con una desviación típica de 0,0319.

- Evolución de la temperatura en el contacto

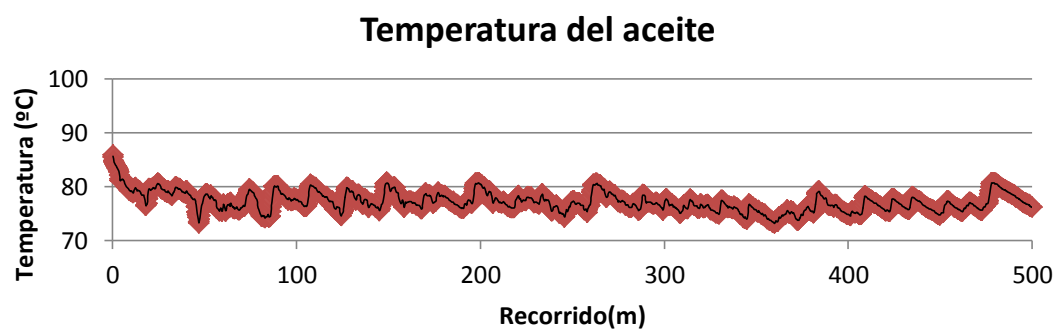


Figura 6.26 Representación de la temperatura del lubricante del ensayo DO100T\_4

La temperatura media es de 77,18°C.

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA

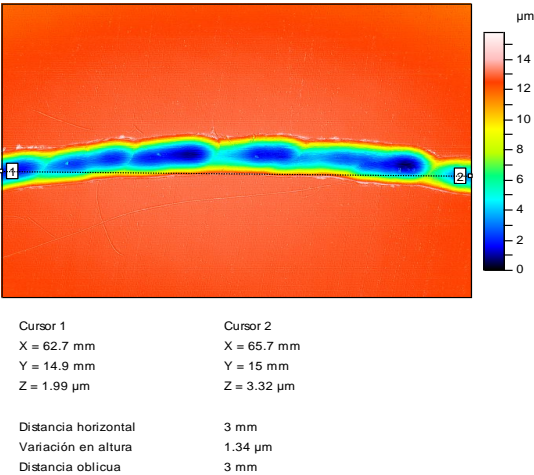


Figura 6.27 Cuerda de la huella del ensayo DO100T\_4

- VOLUMEN DE LA HUELLA

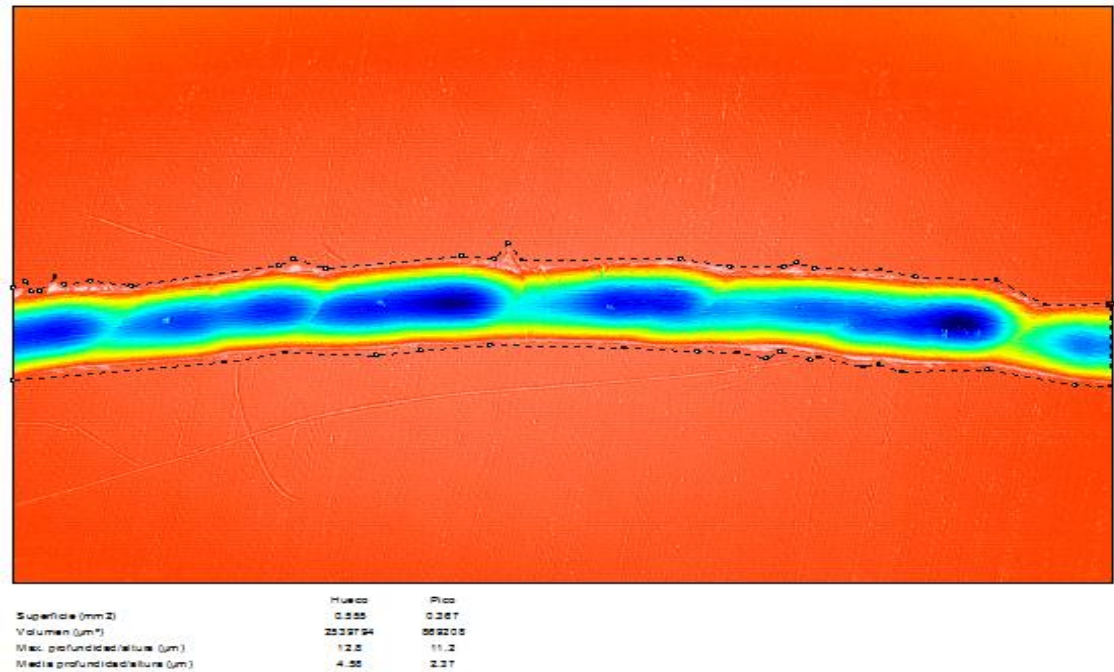


Figura 6.28 Cálculo del volumen de pico y hueco del ensayo DO100T\_4

• PERFIL MEDIO

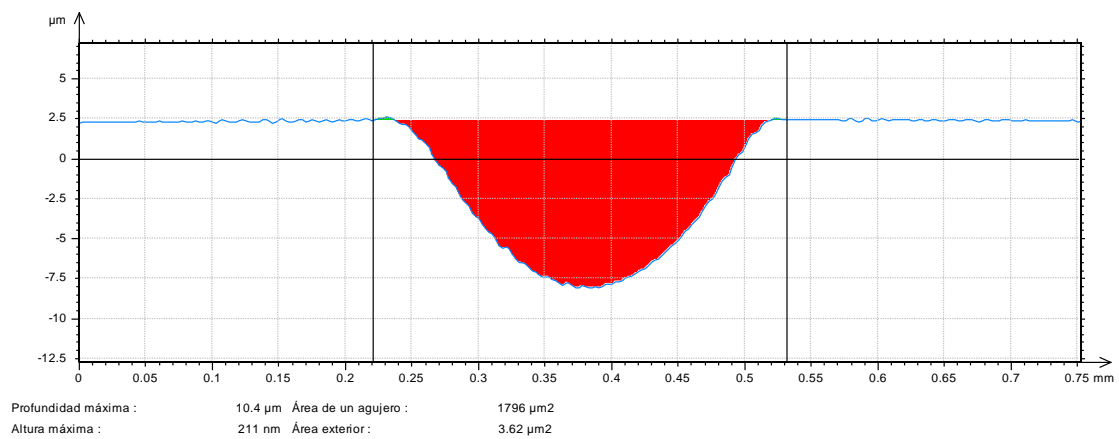


Figura 6.29 Perfil medio de la huella del ensayo DO100T\_4

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	$6,50 \cdot 10^{-2}$	$1,30 \cdot 10^{-4}$
<b>Desviación</b>	$4,03 \cdot 10^{-2}$	$8,07 \cdot 10^{-5}$

Tabla 6.4. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo DO100T\_4

➤ Microperfilometría tridimensional

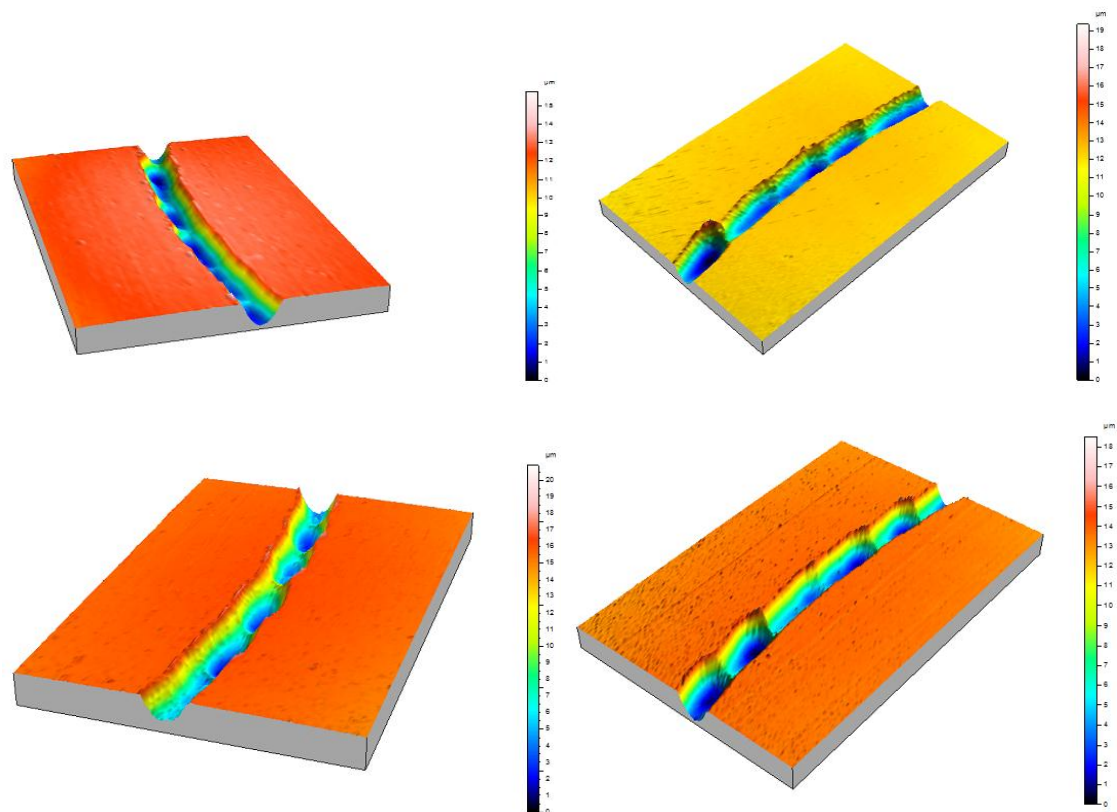
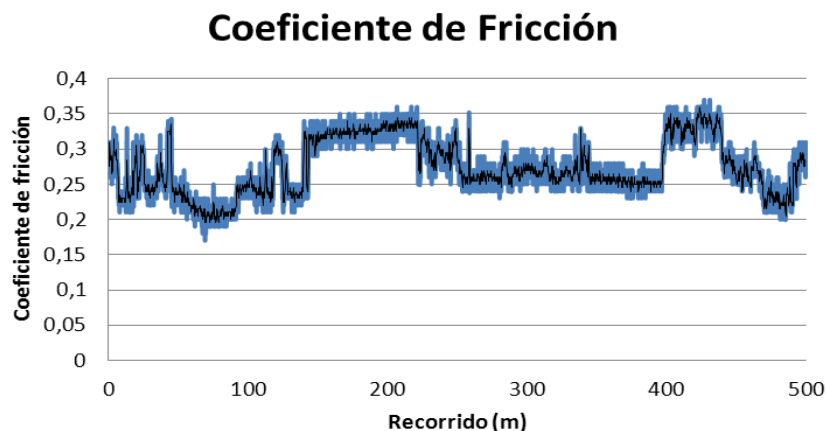


Figura 6.30 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo DO100T\_4

## A.2. Ensayos de lubricación con EM – 635

### A.2.1. Ensayo 1 (EM-635\_1)

- Evolución del coeficiente de fricción



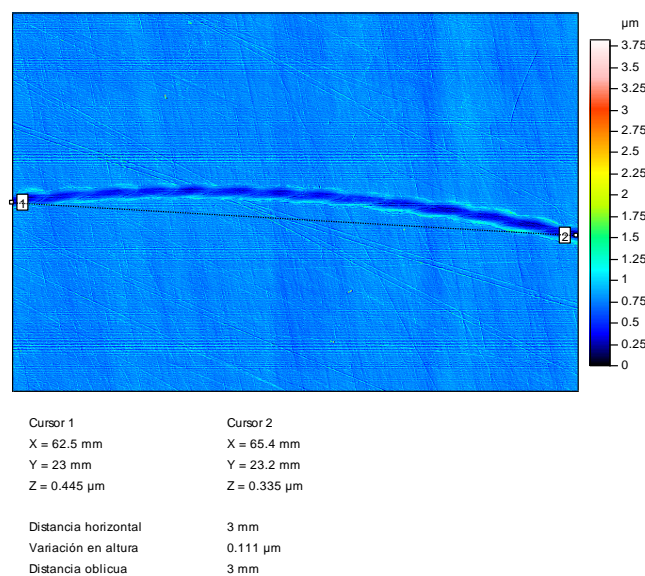
**Figura 6.31 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-635\_1**

El coeficiente de fricción medio de este ensayo es de 0,274 con una desviación de 0,049,

- Desgaste de la probeta

Al igual que en el primer caso se estudian cuatro puntos de la huella de desgaste para realizar los cálculos de desgaste y se expone a continuación uno de estos puntos.

- CUERDA



**Figura 6.32 Cuerda de la huella del ensayo EM-635\_1**

- VOLUMEN DE LA HUELLA

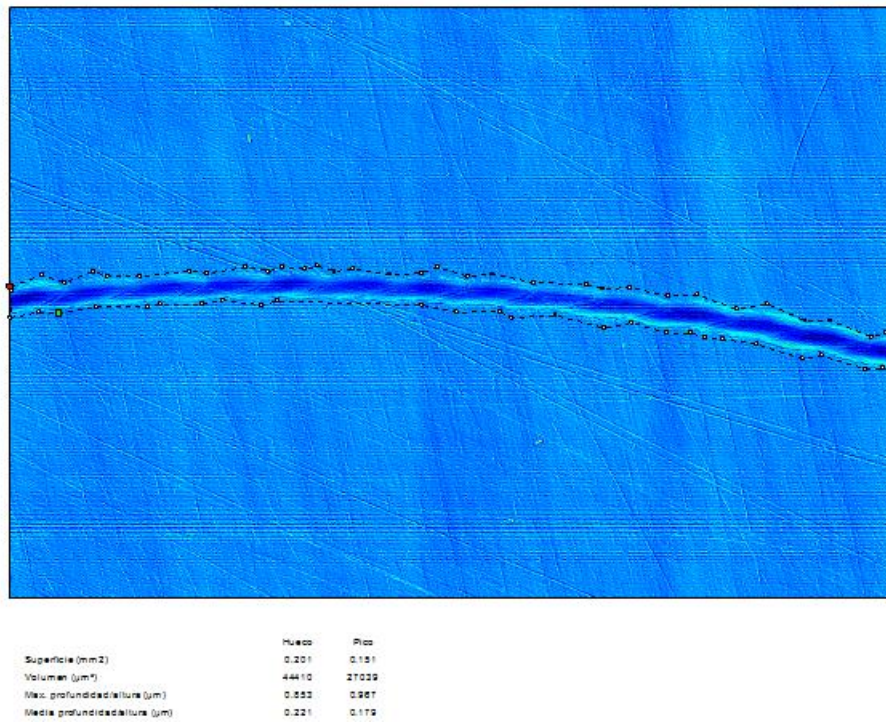


Figura 6.33 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-635\_1

- PERFIL MEDIO

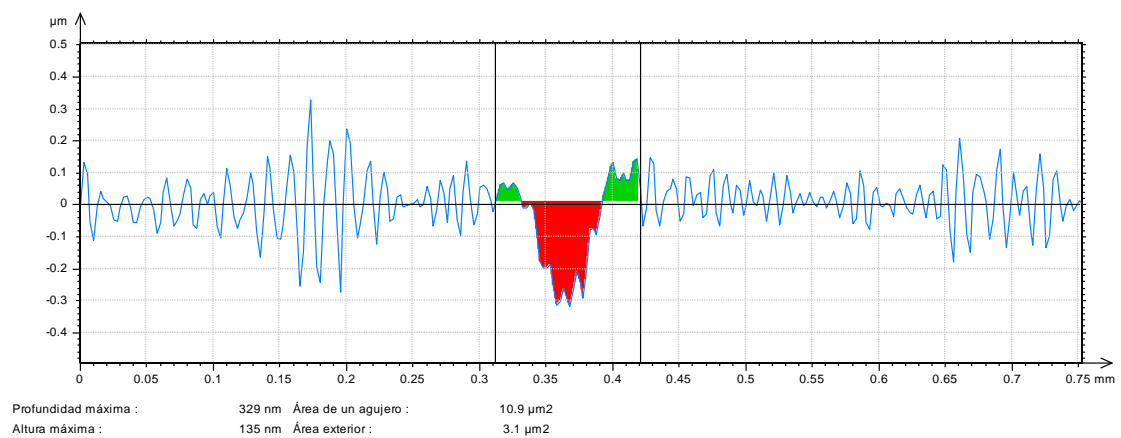


Figura 6.34 Perfil medio de la huella del ensayo EM-635\_1

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
Media	$1,07 \cdot 10^{-3}$	$2,13 \cdot 10^{-6}$
Desviación	$1,98 \cdot 10^{-4}$	$3,95 \cdot 10^{-7}$

Tabla 6.5. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-635\_1



## ➤ Microscopía tridimensional

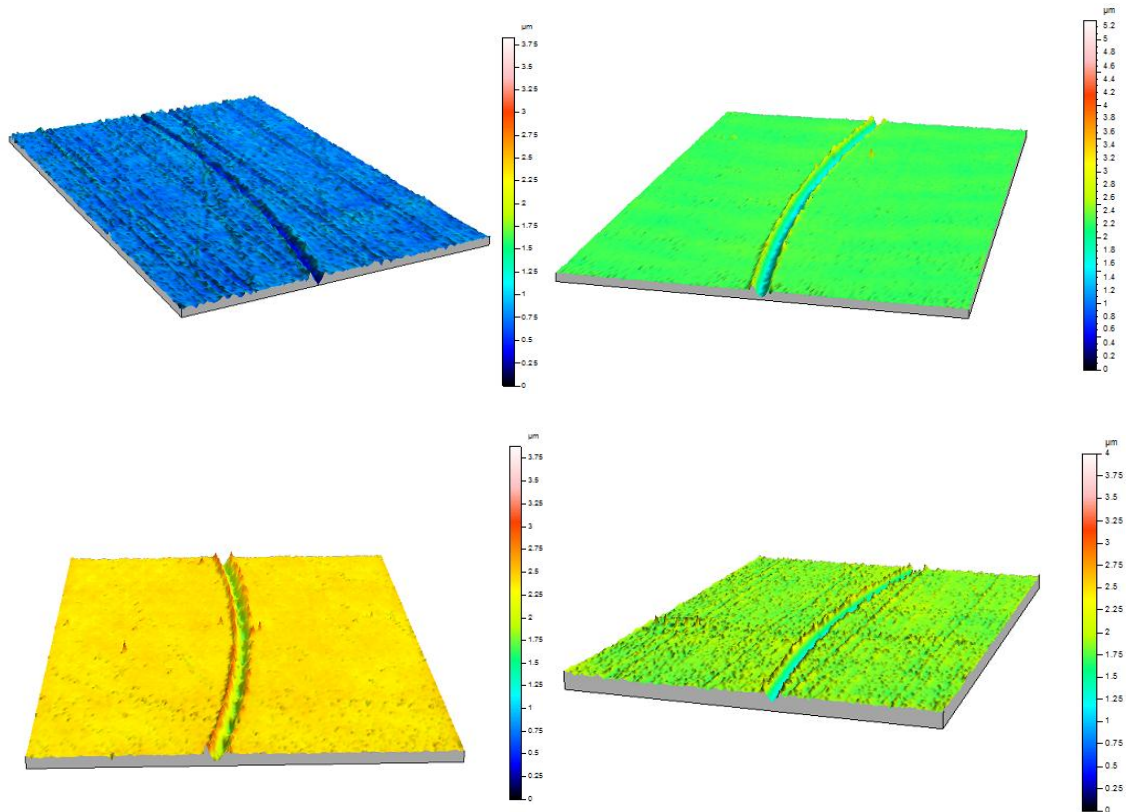


Figura 6.35 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo EM-635\_1

### A.2.2. Ensayo 2 (EM-635\_2)

## ➤ Evolución del coeficiente de fricción

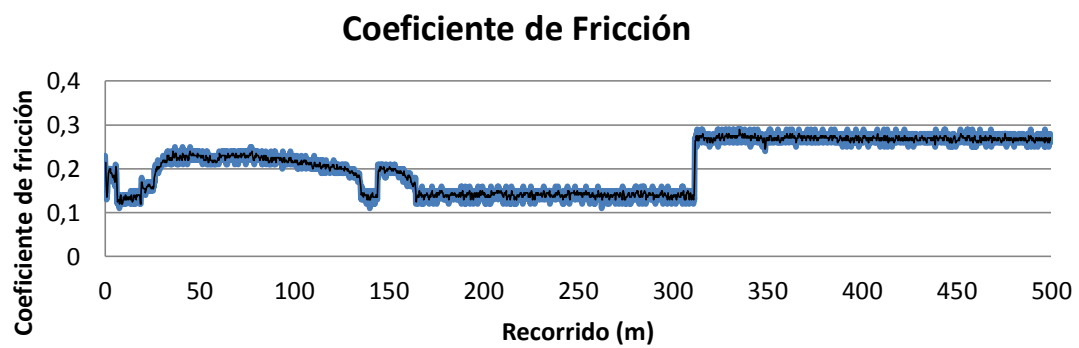


Figura 6.36 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-635\_2

El valor del coeficiente medio de fricción es de 0,2082 con una desviación de 0,5680

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA

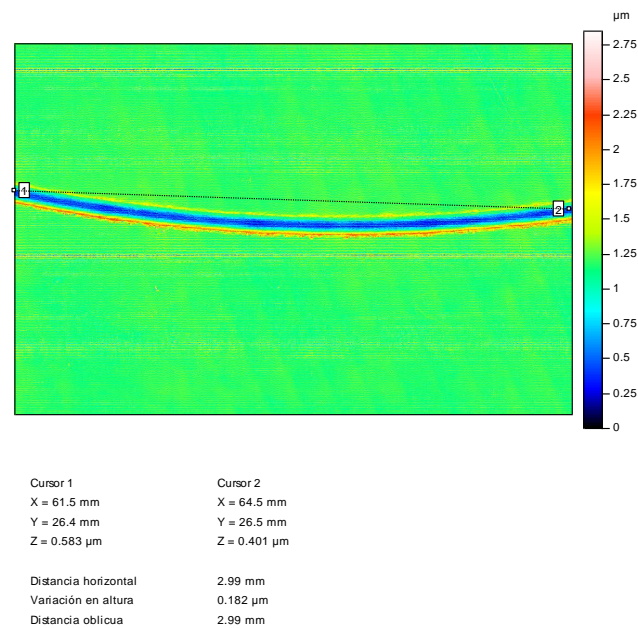


Figura 6,37 Cuerda de la huella del ensayo EM-635\_2

- VOLUMEN DE HUELLA

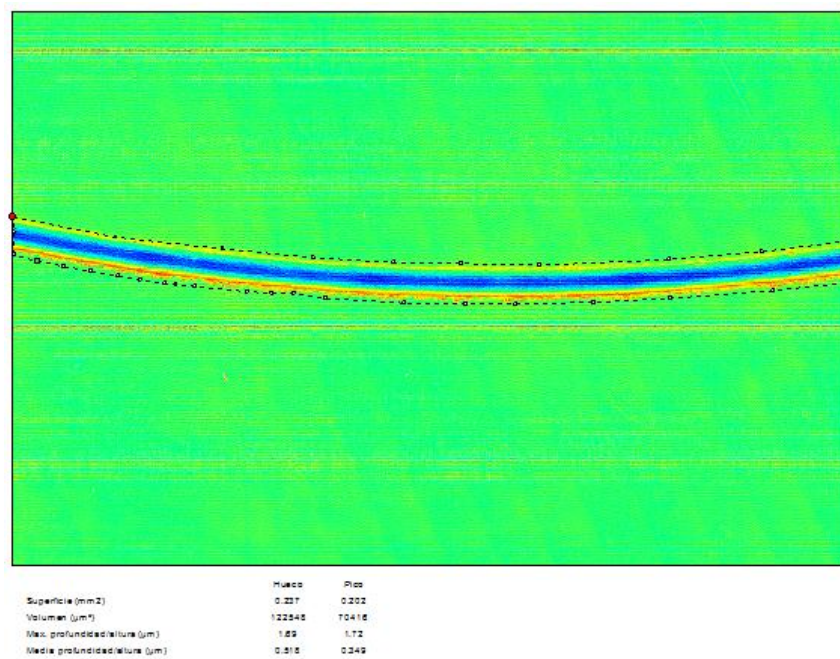


Figura 6.38 Cálculo del volumen de pico y hueco del ensayo EM-635\_2

• PERFIL MEDIO

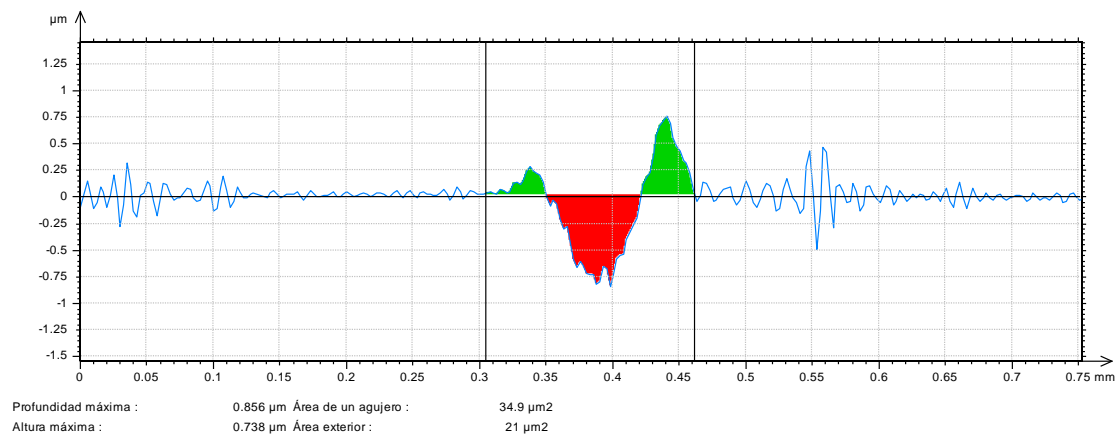


Figura 6.39 Perfil medio de la huella del ensayo EM-635\_2

	Volumen de desgaste (mm³)	Tasa de desgaste (mm³/m·N)
Media	$1,14 \cdot 10^{-3}$	$2,27 \cdot 10^{-6}$
Desviación	$1,80 \cdot 10^{-4}$	$3,60 \cdot 10^{-7}$

Tabla 6.6. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-635\_2

➤ Microperfilometría tridimensional

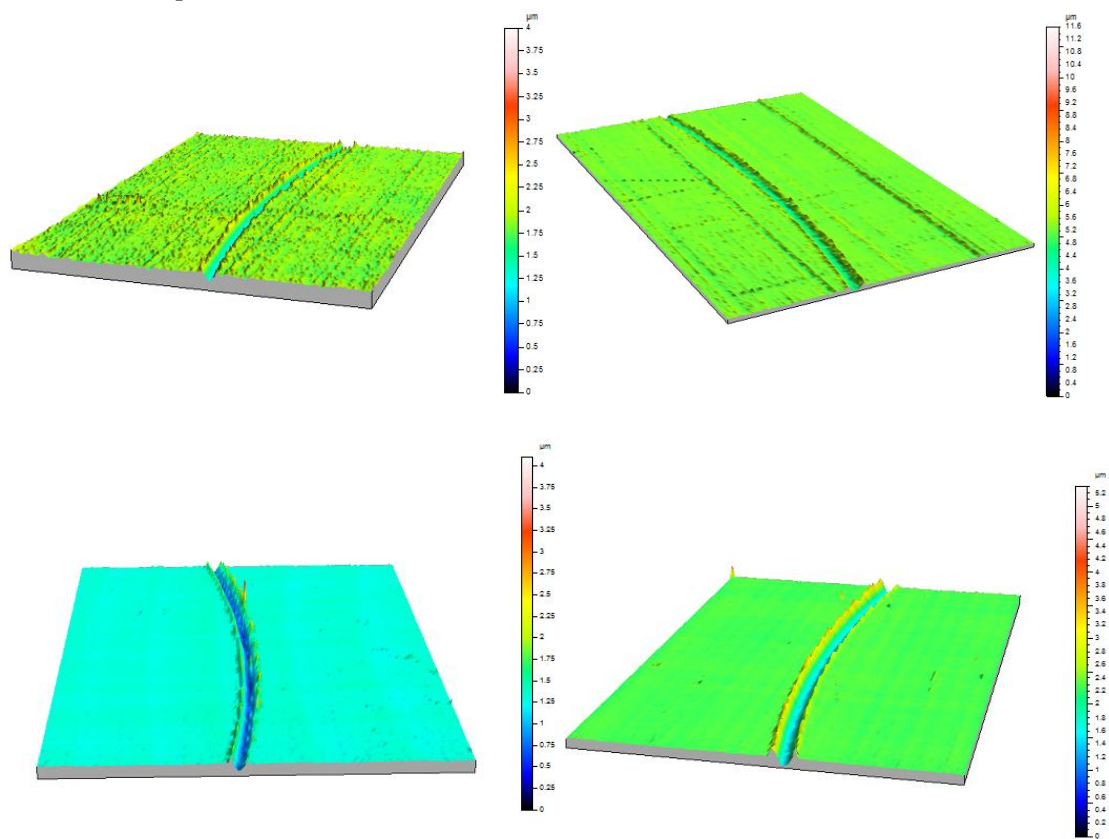
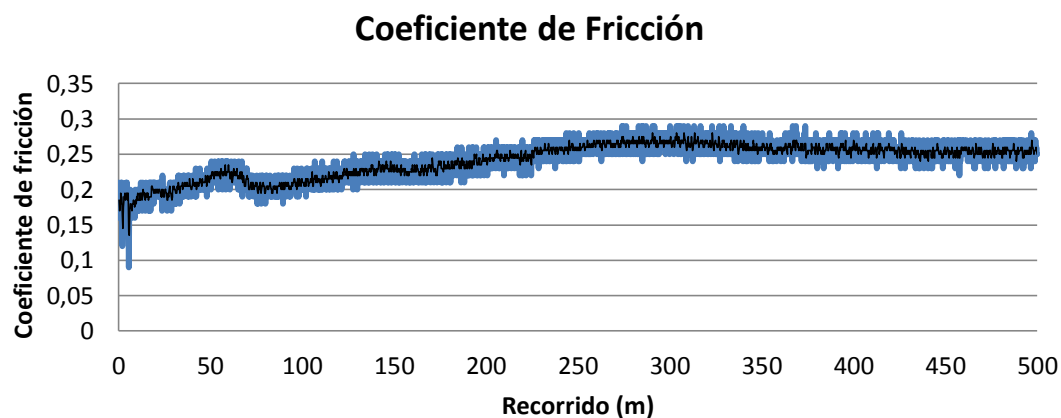


Figura 6.40 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo EM-635\_2



### A.2.3. Ensayo 3 (EM-635\_3)

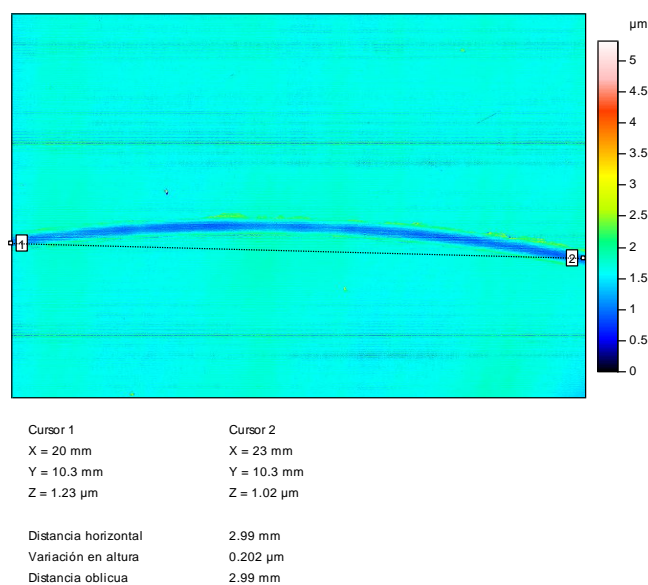
- Evolución del coeficiente de fricción



**Figura 6.41 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-635\_3**

El coeficiente de fricción medio es de 0,2408 con una desviación de 0,0266

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA



**Figura 6.42 Cuerda de la huella del ensayo EM-635\_3**

• VOLUMEN DE LA HUELLA

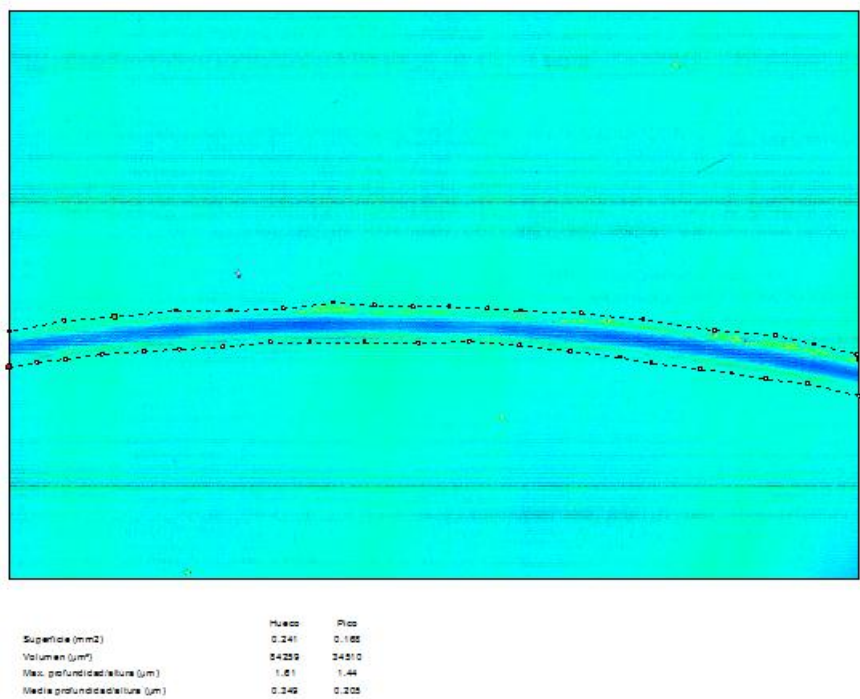


Figura 6.43 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-635\_3

• PERFIL MEDIO

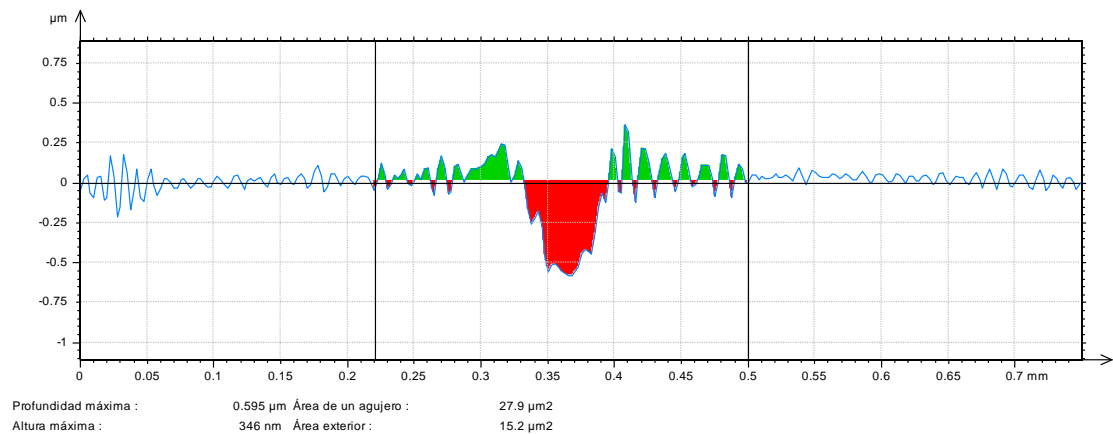


Figura 6.44 Perfil medio de la huella del ensayo EM-635\_3

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
Media	1,04·10 <sup>-3</sup>	2,09·10 <sup>-6</sup>
Desviación	1,93·10 <sup>-4</sup>	3,85·10 <sup>-7</sup>

Tabla 6.7. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-635\_3

➤ Microperfilometría tridimensional

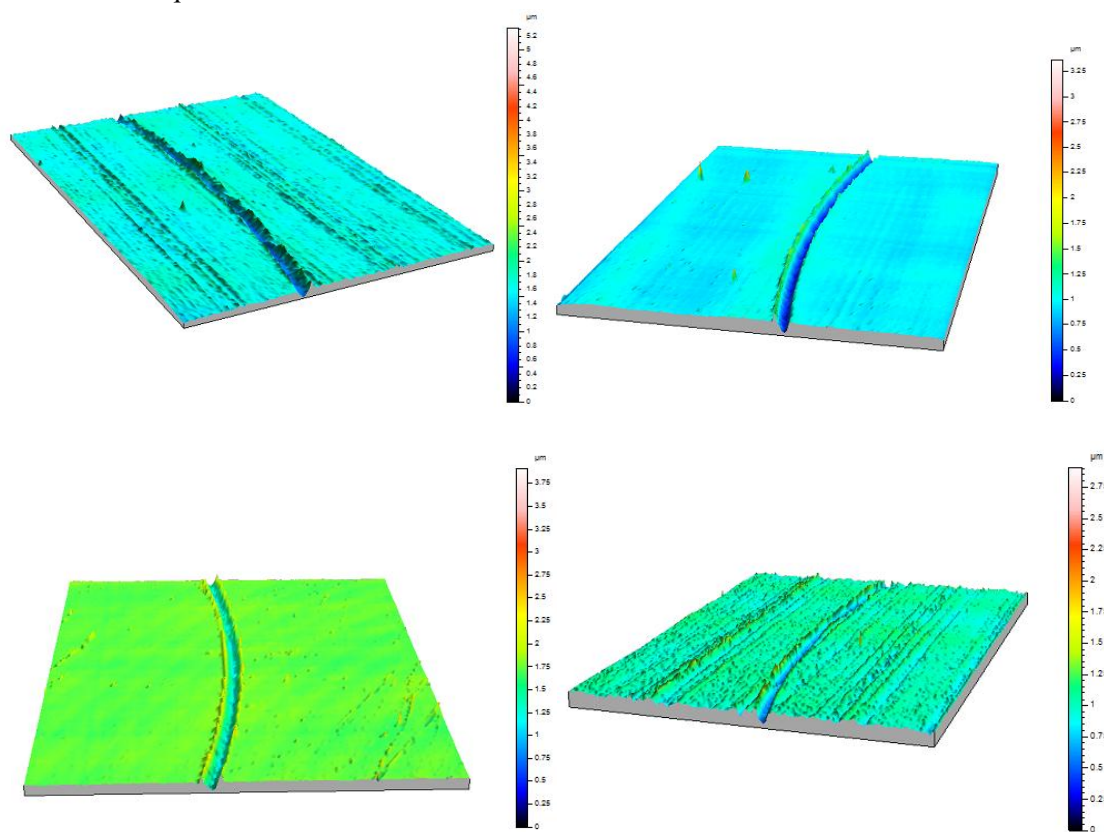


Figura 6.45 Perfiles topográficos tridimensionales del ensayo EM-635\_3

### A.3. EM - 636

#### A.3.1. Ensayo 1 (EM-636\_1)

➤ Evolución del coeficiente de fricción

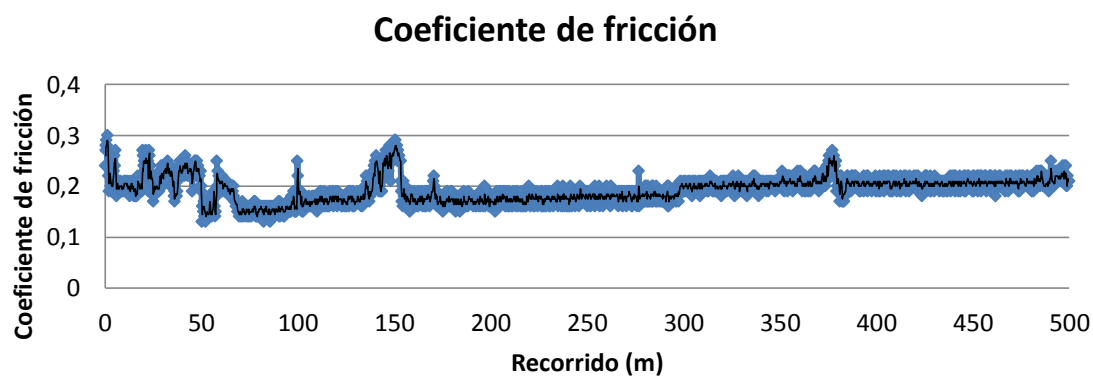


Figura 6.46 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-636\_1

El coeficiente de fricción medio es de 0,1932 con una desviación de 0,0255

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA

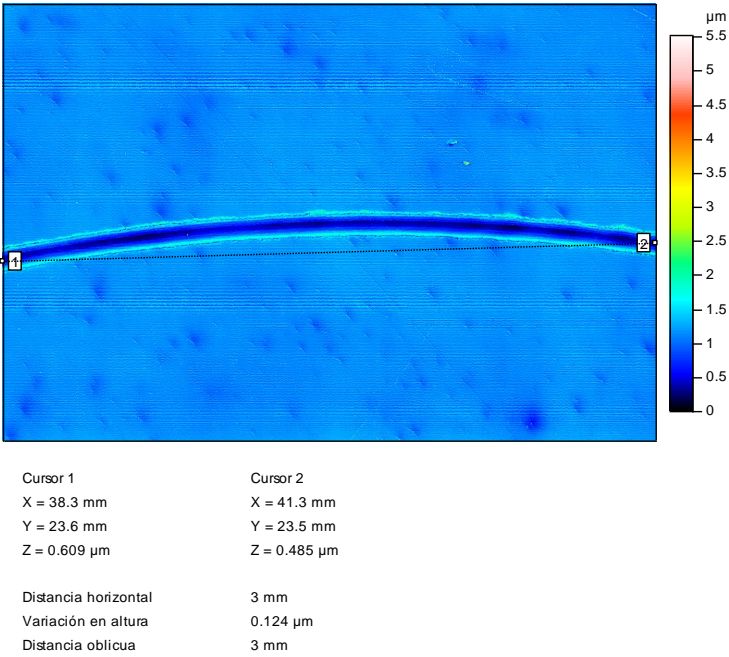


Figura 6.47 Cuerda de la huella del ensayo EM-636\_1

- VOLUMEN DE LA HUELLA

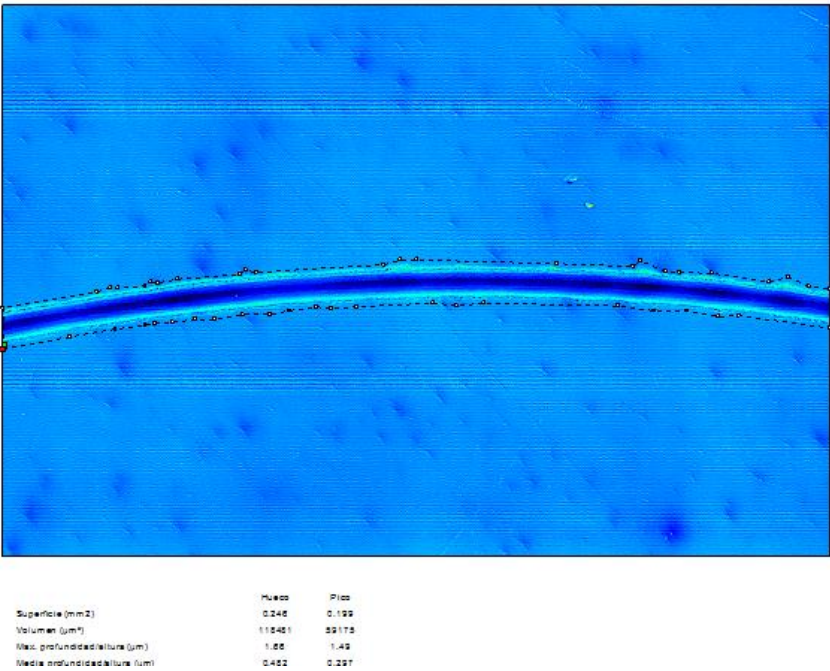


Figura 6.48 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-636\_1

• PERFIL MEDIO

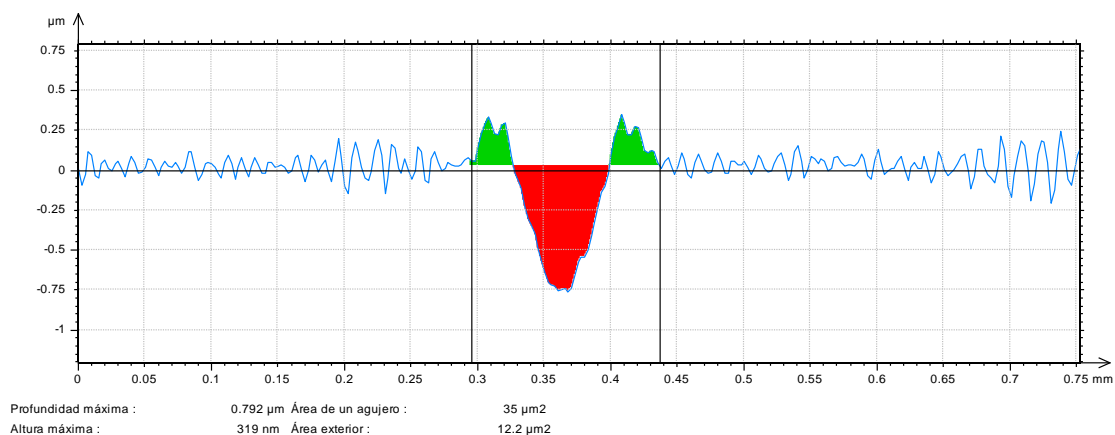


Figura 6.49 Perfil medio de la huella del ensayo EM-636\_1

	Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ )	Tasa de desgaste ( $\text{mm}^3/\text{m}\cdot\text{N}$ )
<b>Media</b>	$1,89 \cdot 10^{-3}$	$3,77 \cdot 10^{-6}$
<b>Desviación</b>	$6,87 \cdot 10^{-4}$	$1,37 \cdot 10^{-6}$

Tabla 6.8. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-636\_1

➤ Microperfilometría tridimensional

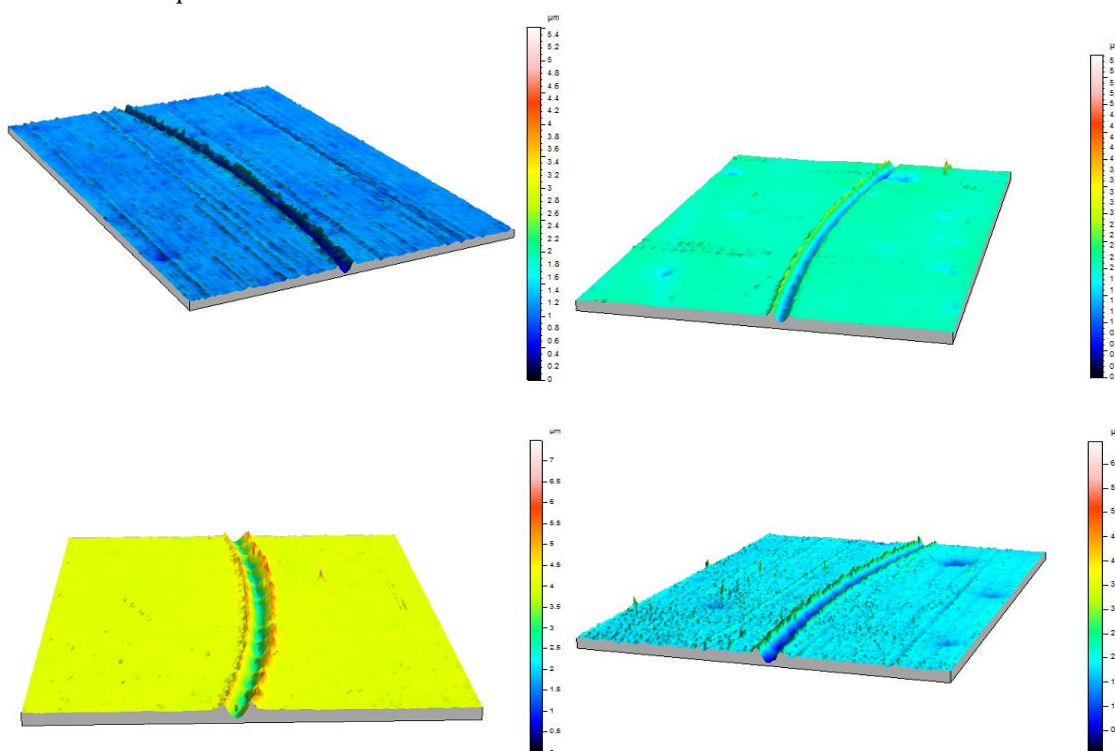


Figura 6.50 Perfiles topográficos tridimensionales del ensayo EM-636\_1



### A.3.2. Ensayo 2 (EM-636\_2)

- Evolución del coeficiente de fricción

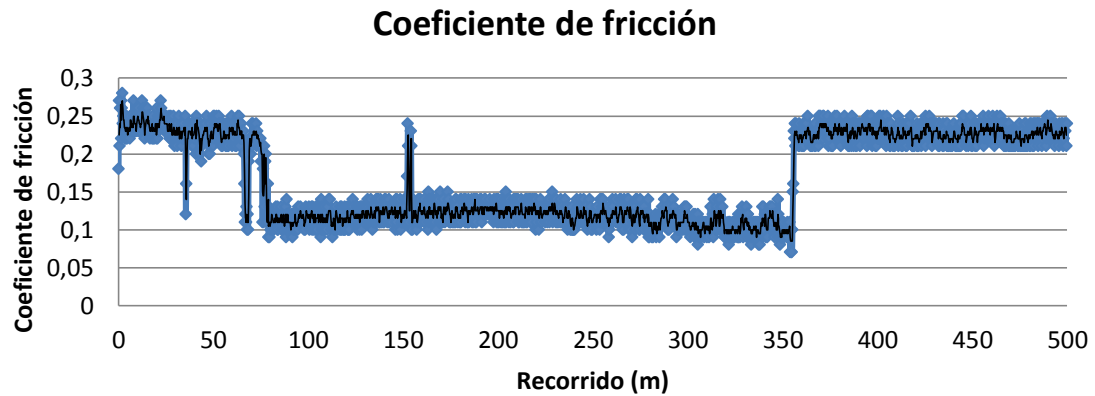


Figura 6.51 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-636\_2

El coeficiente de fricción medio es de 0,1656 con una desviación de 0,0573

- Desgaste de la probeta
- CUERDA

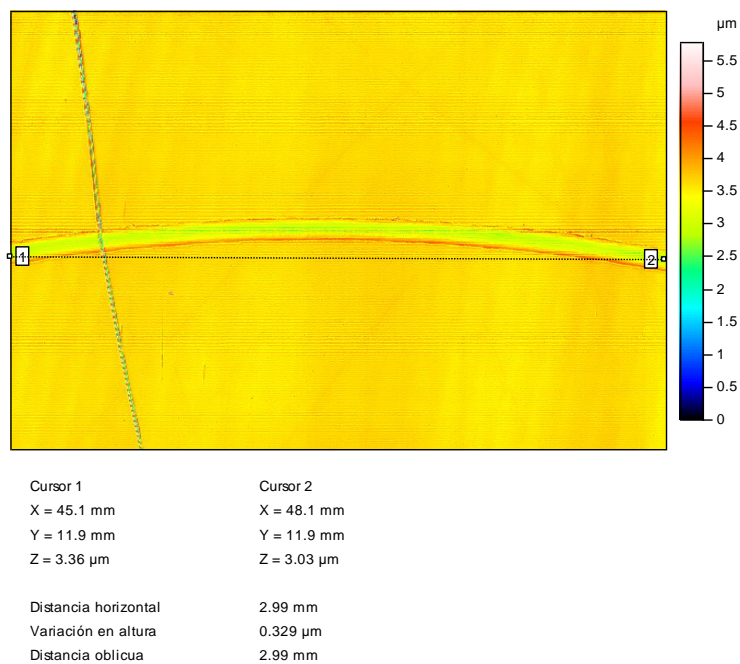


Figura 6.52 Cuerda de la huella del ensayo EM-636\_2

- VOLUMEN DE LA HUELLA

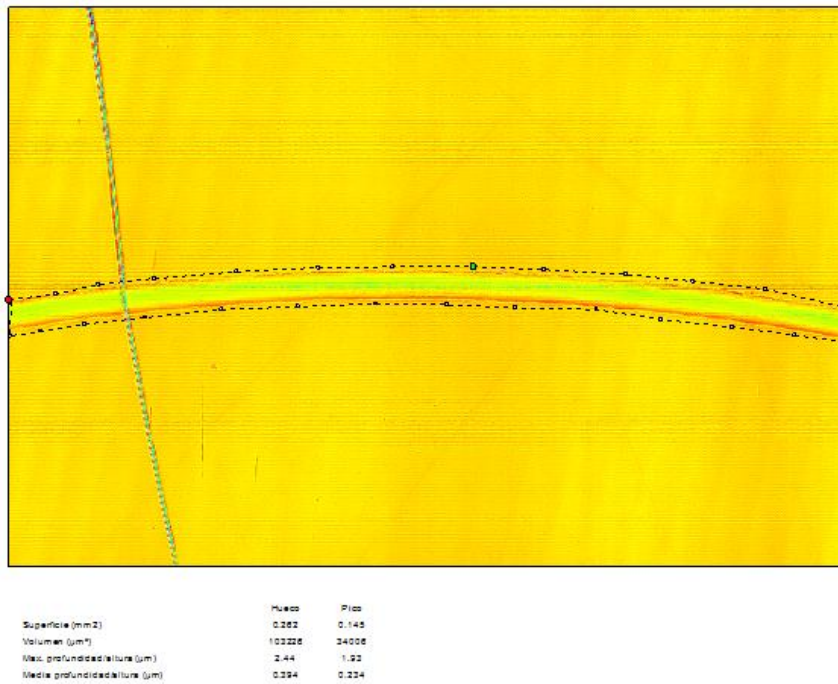


Figura 6.53 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-636\_2

- PERFIL MEDIO

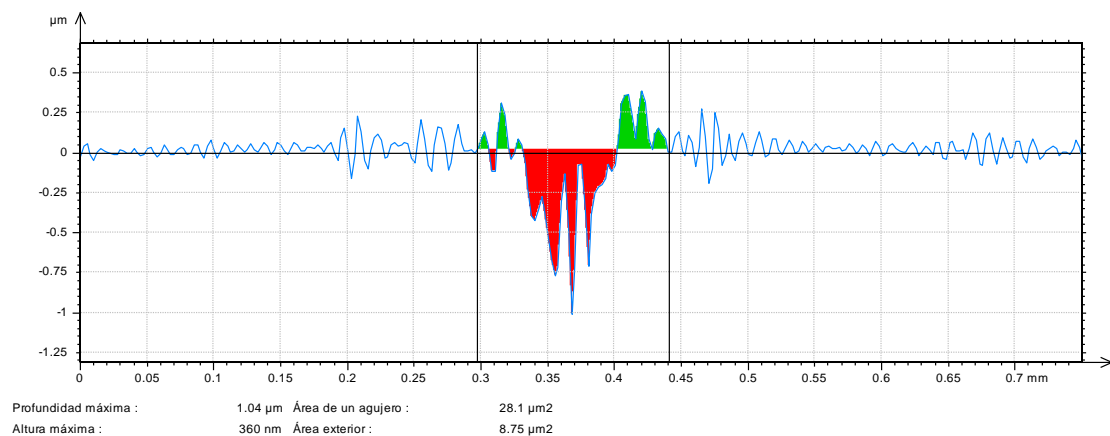


Figura 6.54 Perfil medio de la huella del ensayo EM-636\_2

	Volumen de desgaste (mm³)	Tasa de desgaste (mm³/m·N)
Media	$1,45 \cdot 10^{-3}$	$2,91 \cdot 10^{-6}$
Desviación	$2,41 \cdot 10^{-4}$	$4,82 \cdot 10^{-7}$

Tabla 6.9. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-636\_2

➤ Microperfilometría tridimensional

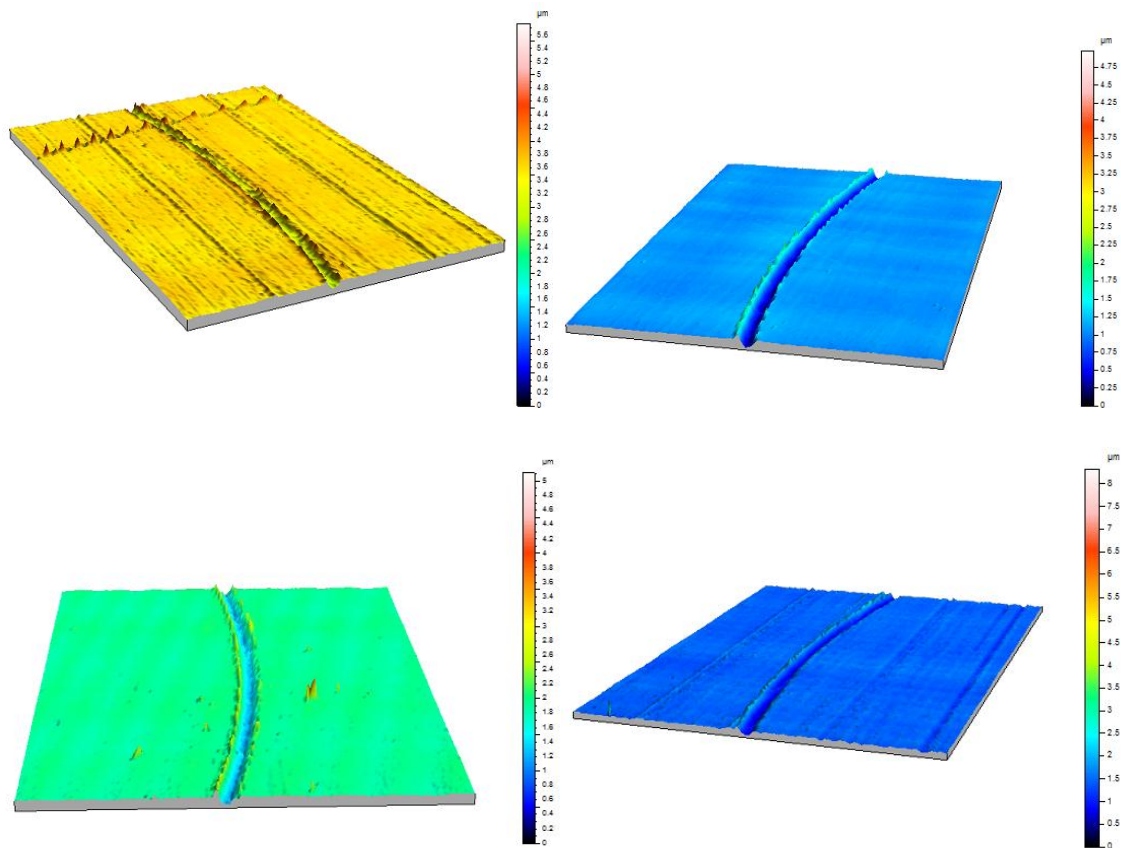


Figura 6.55 Perfiles topográficos tridimensionales de la huella del ensayo EM-636\_2

### A.3.3. Ensayo 3 (EM-636\_3)

➤ Evolución del coeficiente de fricción

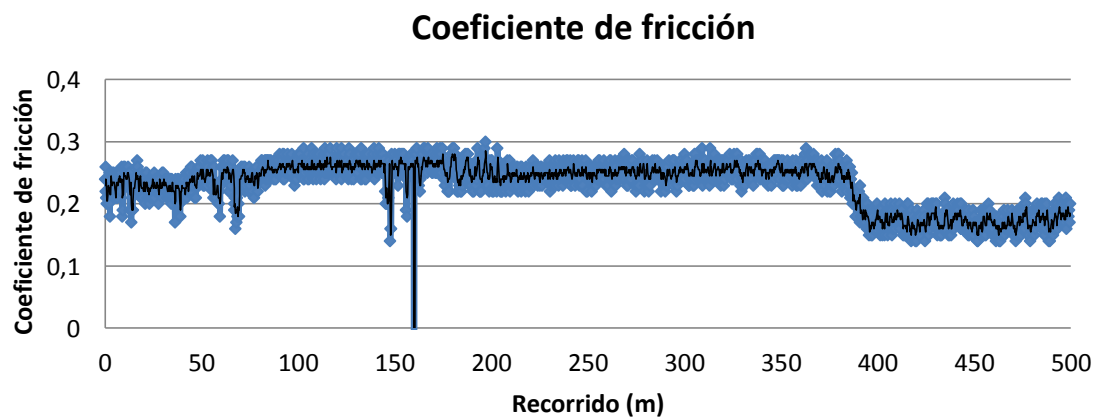


Figura 6.56 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-636\_3



El coeficiente de fricción medio es de 0,2312 con desviación de 0,0457

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA

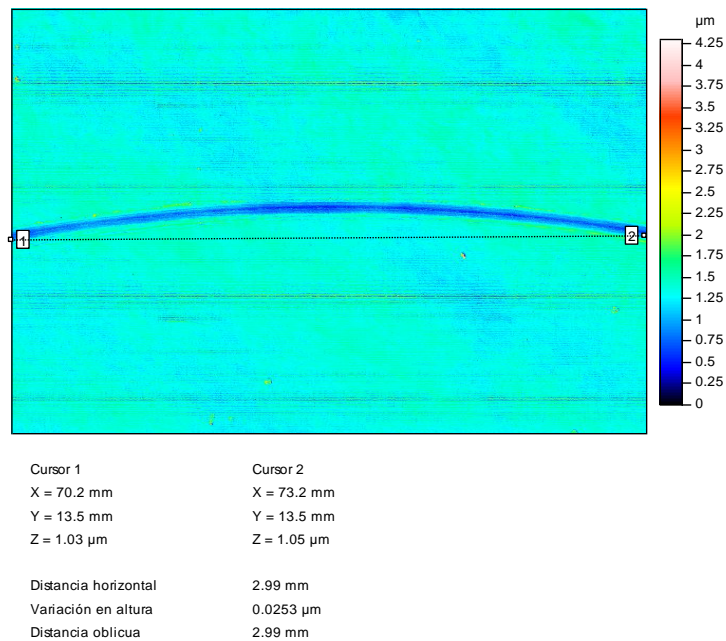


Figura 6.57 Cuerda de la huella del ensayo Em-636\_3

- VOLUMEN DE HUELLA

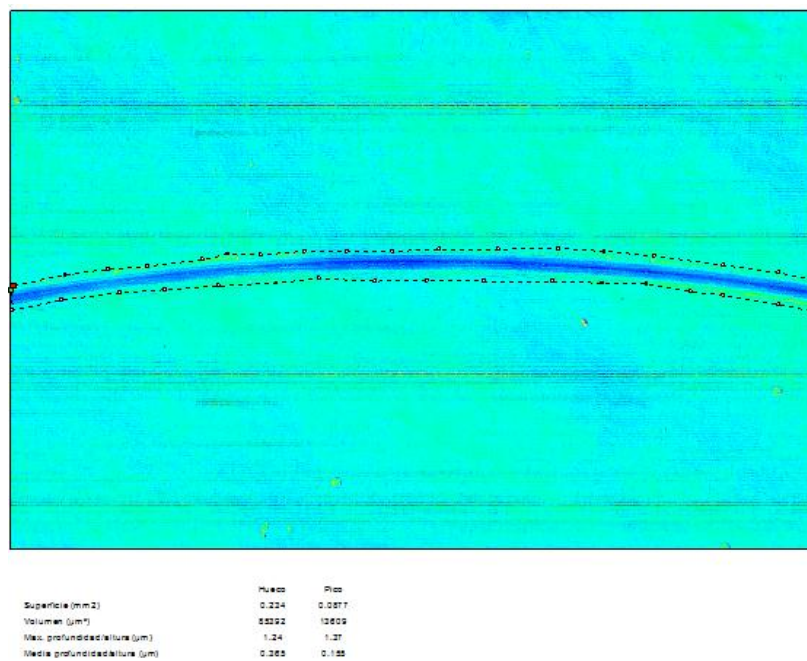


Figura 6.58 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-636\_3

● PERFIL MEDIO

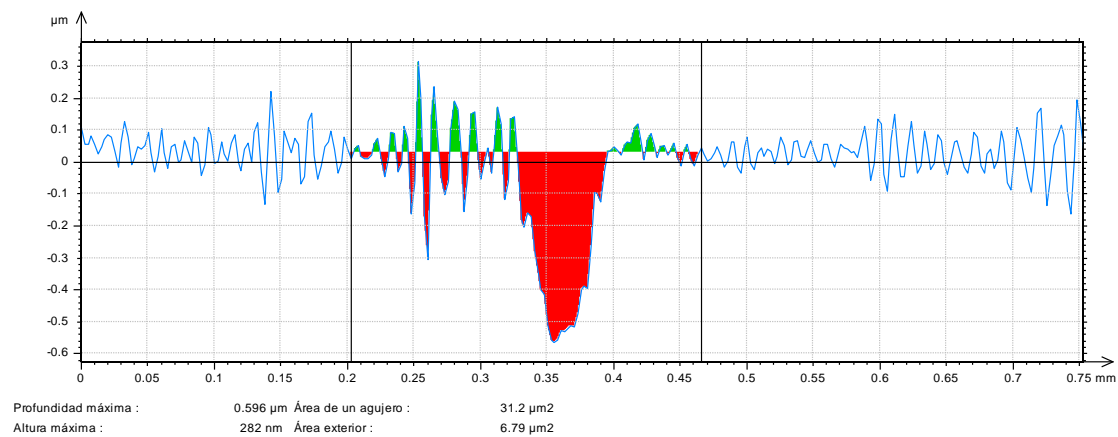


Figura 6.59 Perfil medio de la huella del ensayo EM-636\_3

	Volumen de desgaste (mm³)	Tasa de desgaste (mm³/m·N)
Media	$8,67 \cdot 10^{-4}$	$1,73 \cdot 10^{-6}$
Desviación	$4,69 \cdot 10^{-4}$	$9,37 \cdot 10^{-7}$

Tabla 6.10. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-636\_3

➤ Microperfilometría tridimensional

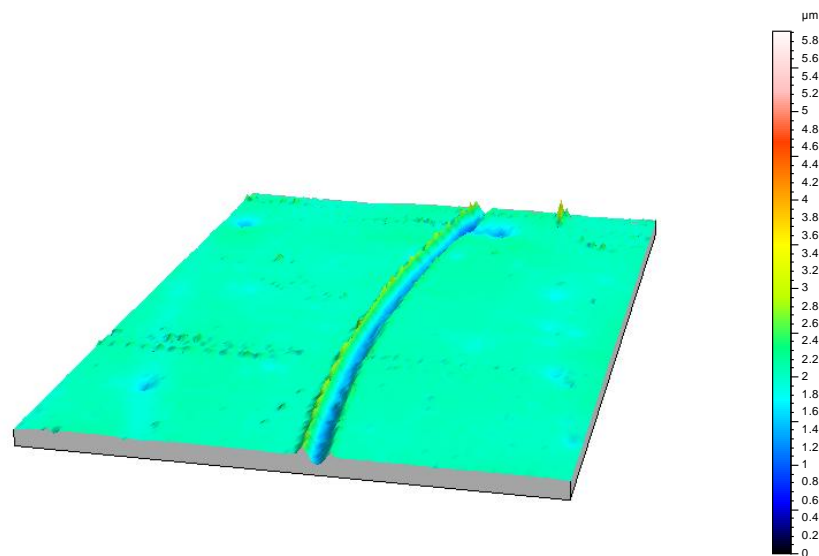
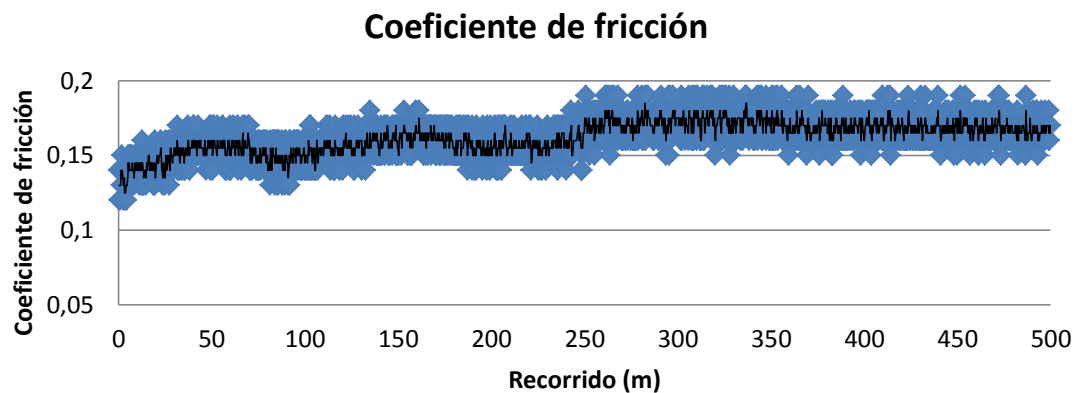


Figura 6.60 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-636\_3

## A.4. Ensayos de lubricación con EM - 638

### A.4.1. Ensayo 1 (EM-638\_1)

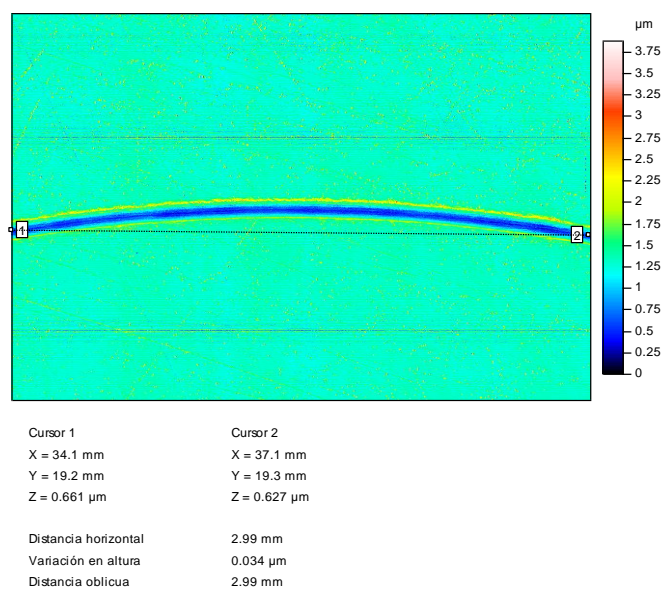
- Evolución del coeficiente de fricción



**Figura 6.61 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-638\_1**

El coeficiente de fricción medio es de 0,1623 con una desviación de 0,0125

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA



**Figura 6.62 Cuerda de la huella del ensayo EM-638\_1**

• VOLUMEN DE HUELLA

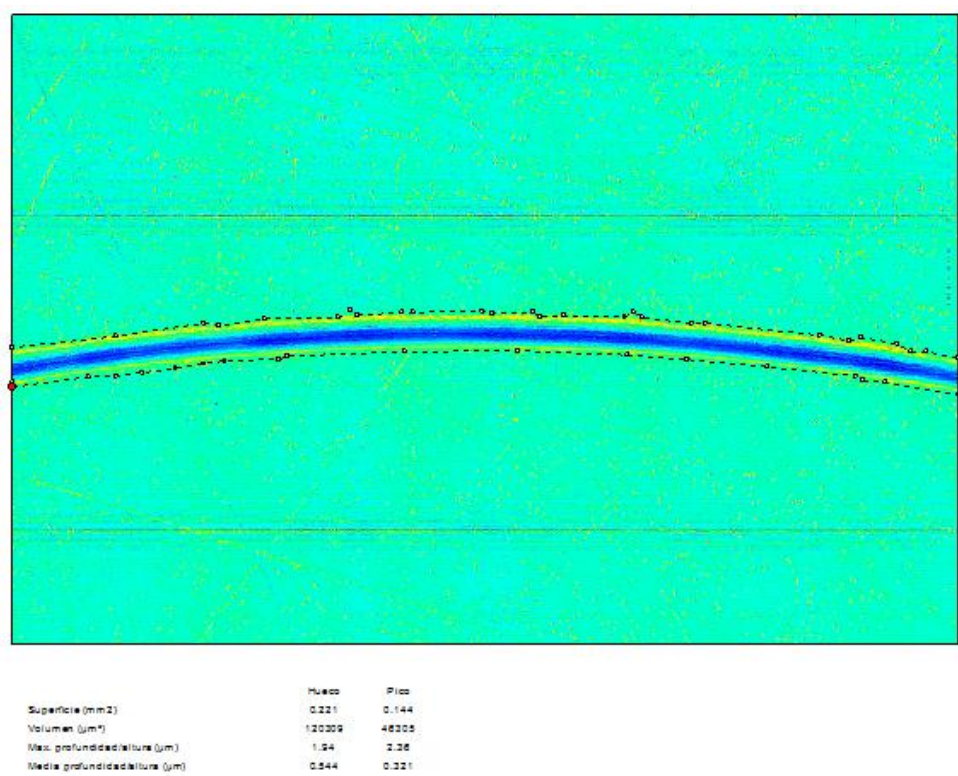


Figura 6.63 Cálculo del volumen de hueco y pico de la huella del ensayo EM-638\_1

• PERFIL MEDIO

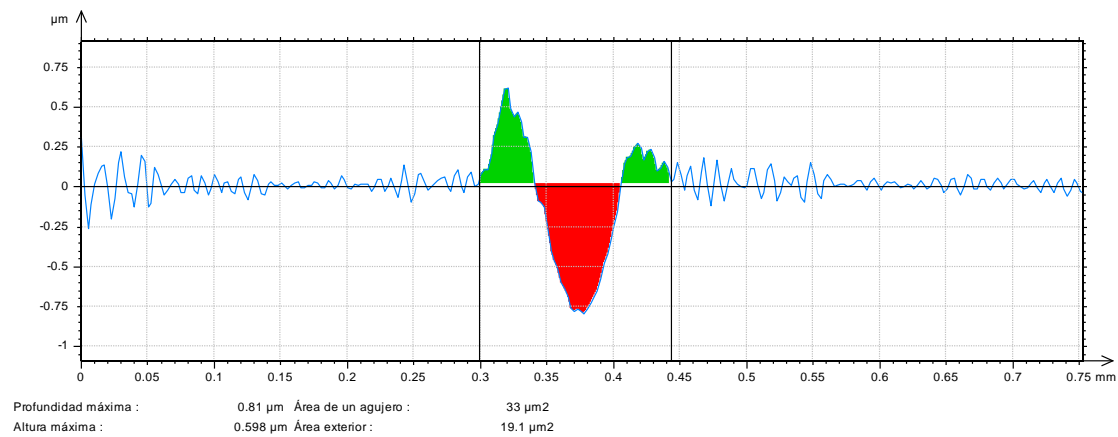


Figura 6.64 Perfil medio de la huella del ensayo EM-638\_1

	Volumen de desgaste (mm³)	Tasa de desgaste (mm³/m·N)
Media	1,18·10 <sup>-3</sup>	2,35·10 <sup>-6</sup>
Desviación	3,10·10 <sup>-4</sup>	6,20·10 <sup>-7</sup>

Tabla 6.11. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-638\_1

➤ Microperfilometría tridimensional

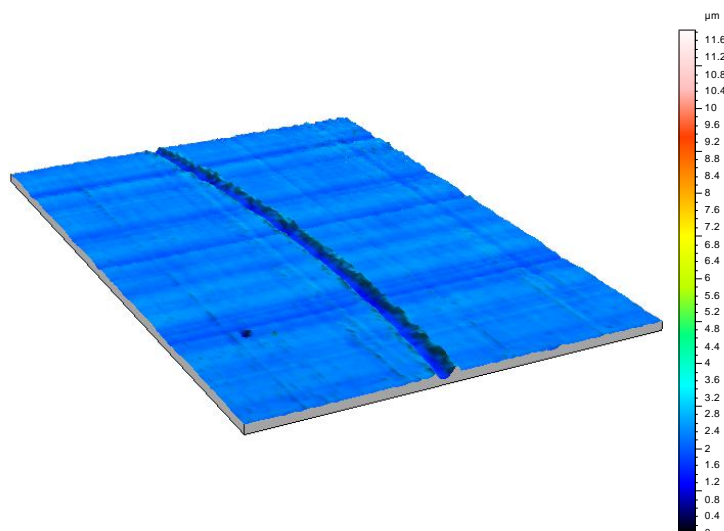


Figura 6.65 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-638\_1

A.4.2. Ensayo 2 (EM-638\_2)

➤ Evolución del coeficiente de fricción

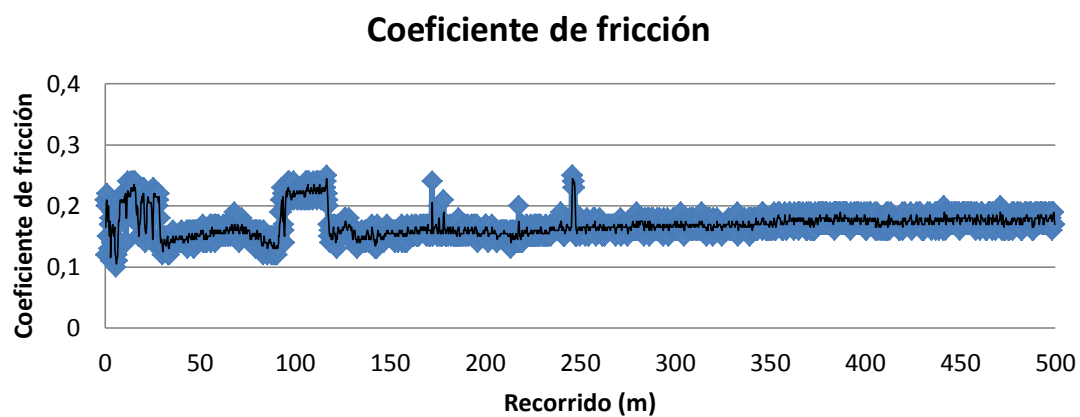


Figura 6.66 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-638\_2

El coeficiente de fricción medio es de 0,1695 con desviación de 0,0212



- Desgaste de la probeta
  - CUERDA

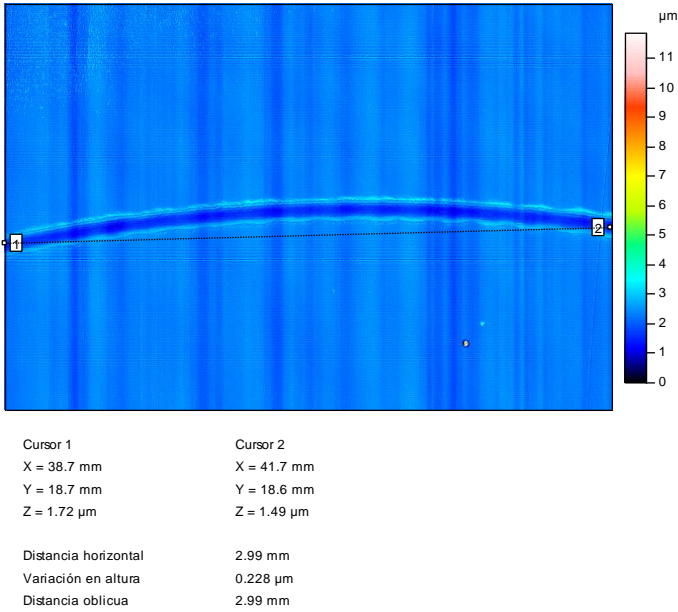


Figura 6.67 Cuerda de la huella del ensayo EM-638\_2

- VOLUMEN DE HUELLA

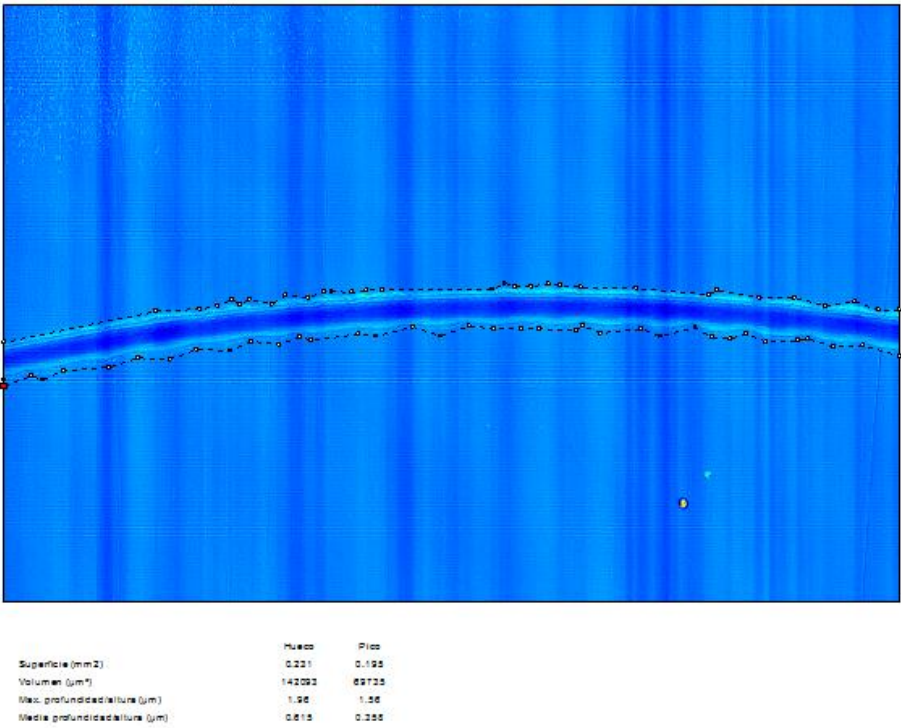


Figura 6.68 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-638\_2

• PERFIL MEDIO

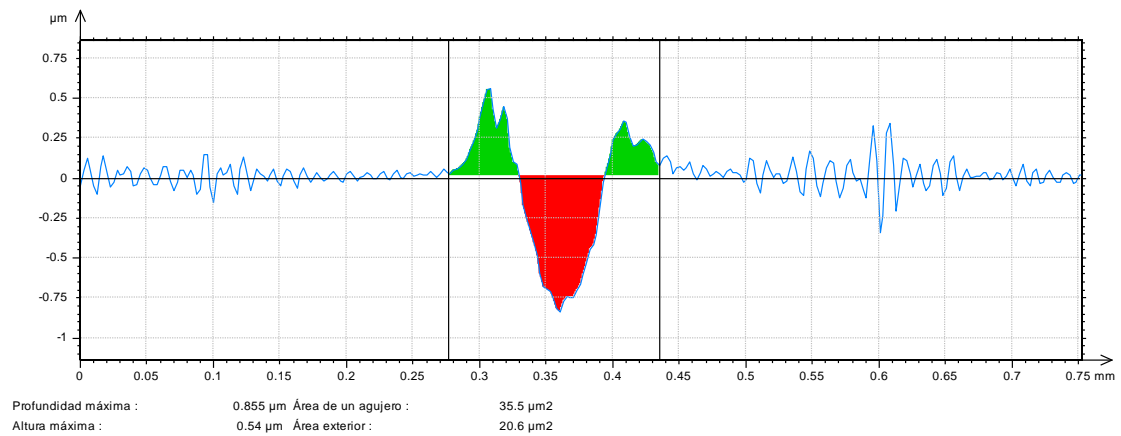


Figura 6.69 Perfil medio de la huella del ensayo EM-638\_2

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
<b>Media</b>	$1,49 \cdot 10^{-3}$	$2,98 \cdot 10^{-6}$
<b>Desviación</b>	$1,70 \cdot 10^{-4}$	$3,40 \cdot 10^{-7}$

Tabla 6.12. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-638\_2

➤ Microperfilometría tridimensional

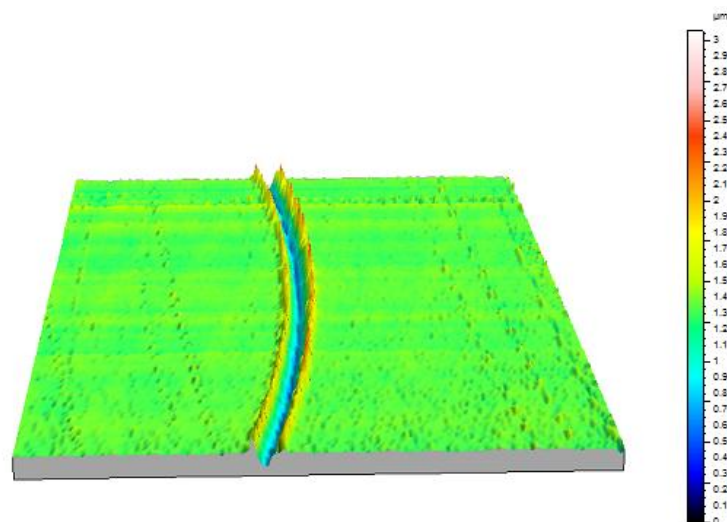
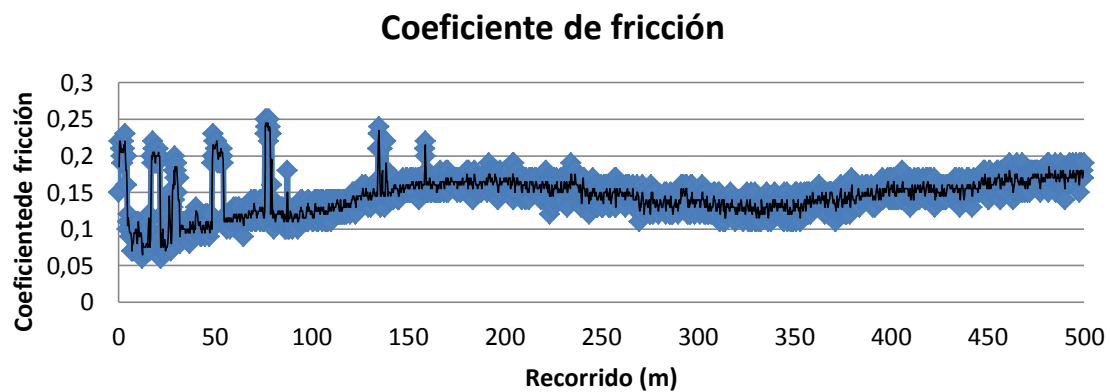


Figura 6.70 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-638\_2

### A.4.3. Ensayo 3 (EM-638\_3)

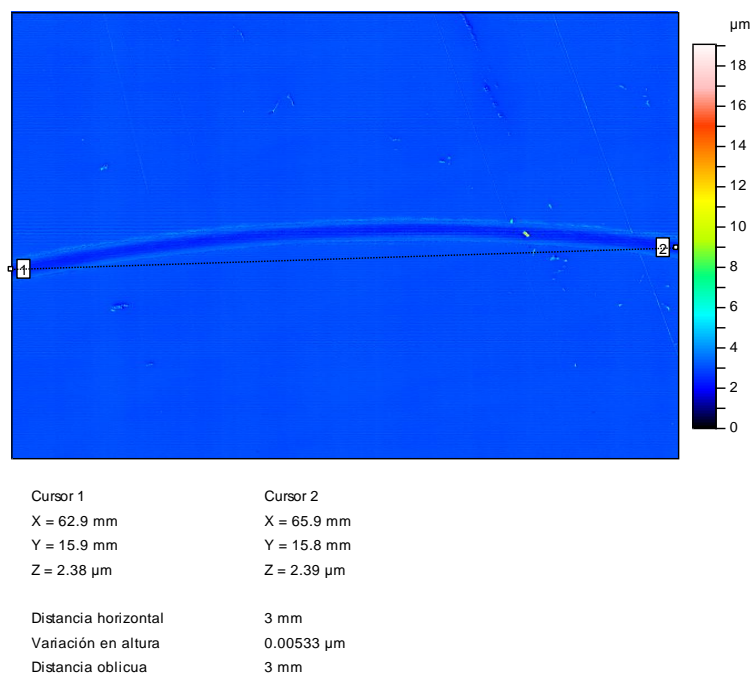
- Evolución del coeficiente de fricción



**Figura 6.71 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo EM-638\_3**

El coeficiente de fricción medio es de 0,1456 con desviación de 0,0255

- Desgaste de la probeta
- CUERDA



**Figura 6.72 Cuerda de la huella del ensayo EM-638\_3**



- VOLUMEN DE HUELLA

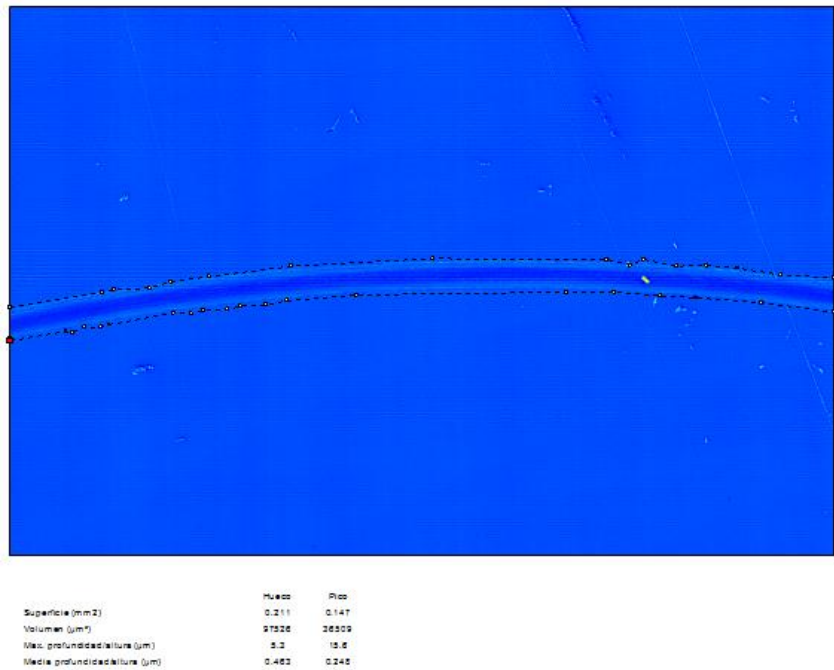


Figura 6.73 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo EM-638\_3

- PERFIL MEDIO

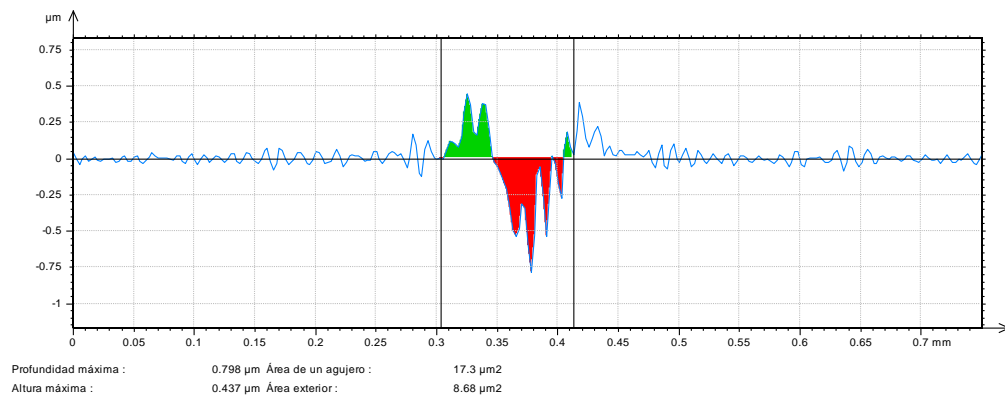


Figura 6.74 Perfil medio de la huella del ensayo EM-638\_3

	Volumen de desgaste (mm <sup>3</sup> )	Tasa de desgaste (mm <sup>3</sup> /m·N)
Media	$1,25 \cdot 10^{-3}$	$2,49 \cdot 10^{-6}$
Desviación	$1,04 \cdot 10^{-4}$	$2,08 \cdot 10^{-7}$

Tabla 6.13. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo EM-638\_3

➤ Microperfilometría tridimensional

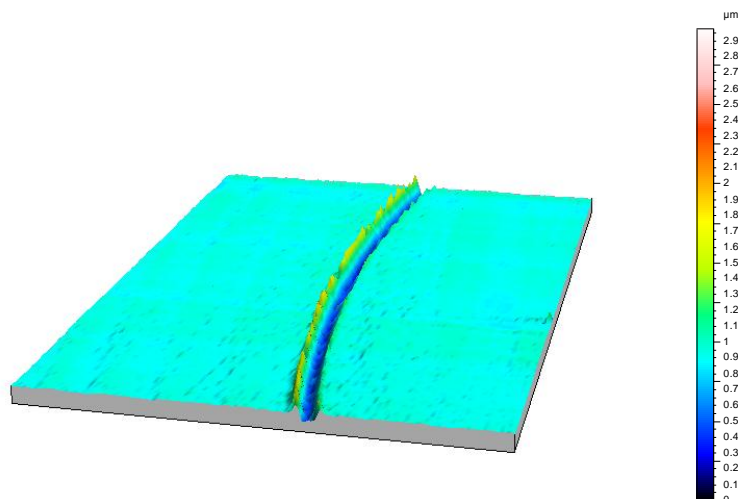


Figura 6.75 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo EM-638\_3

## A.5. Ensayos de lubricación con LNTf – 102

De este líquido sólo se ha realizado un ensayo puesto que era para comparar el comportamiento de los líquidos nuevos con este. Los datos necesarios para ello son los mismos que en los casos anteriores.

### A.5.1. Ensayo 1 (LNTf-102)

➤ Evolución del coeficiente de fricción

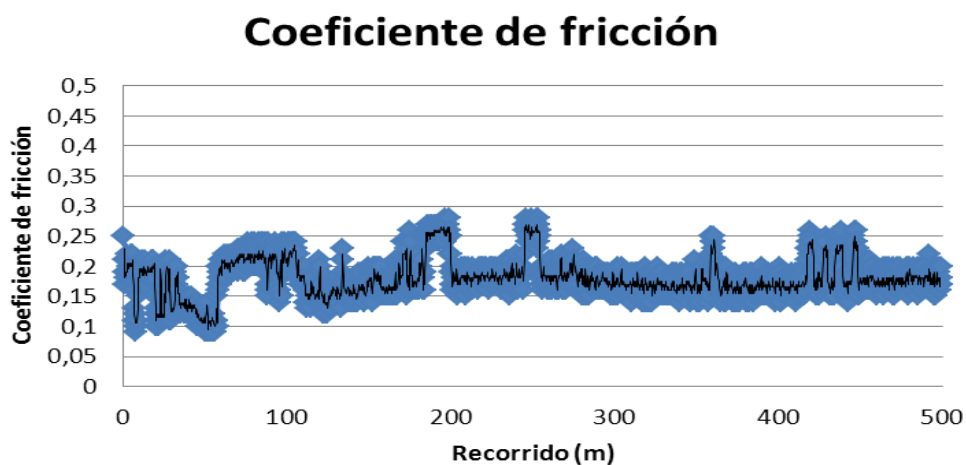


Figura 6.76 Representación gráfica del coeficiente de fricción frente al recorrido del ensayo LNTf-102

El coeficiente de fricción medio es de 0,180 con desviación de 0,0326

- Desgaste de la probeta
  - CUERDA

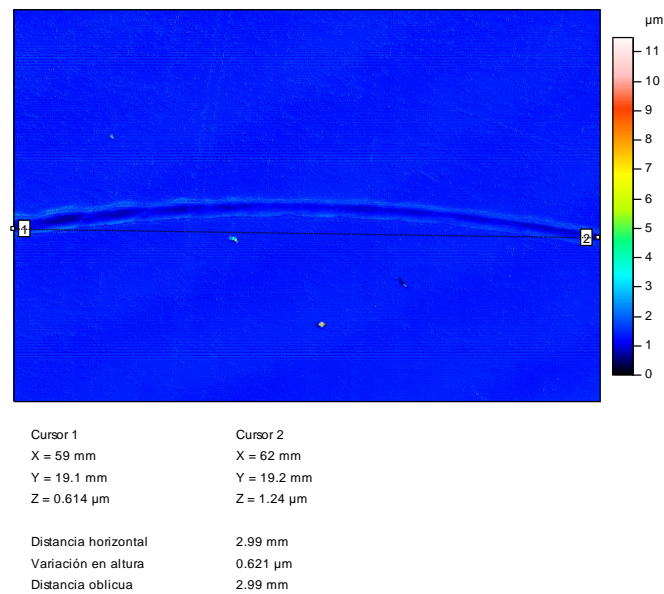


Figura 6.77 Cuerda de la huella del ensayo LNTf-102

- VOLUMEN DE HUELLA

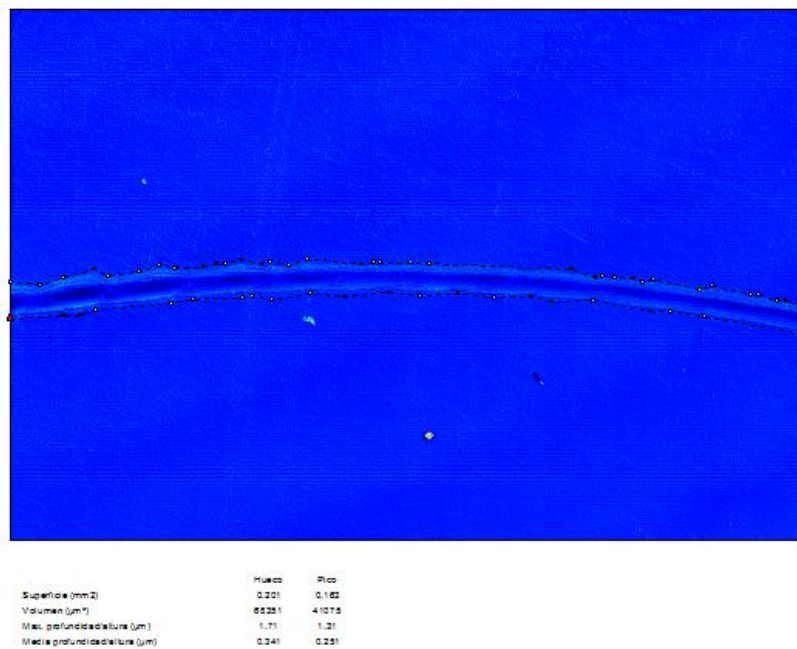


Figura 6.78 Cálculo del volumen de pico y hueco de la huella del ensayo LNTf-102

• PERFIL MEDIO

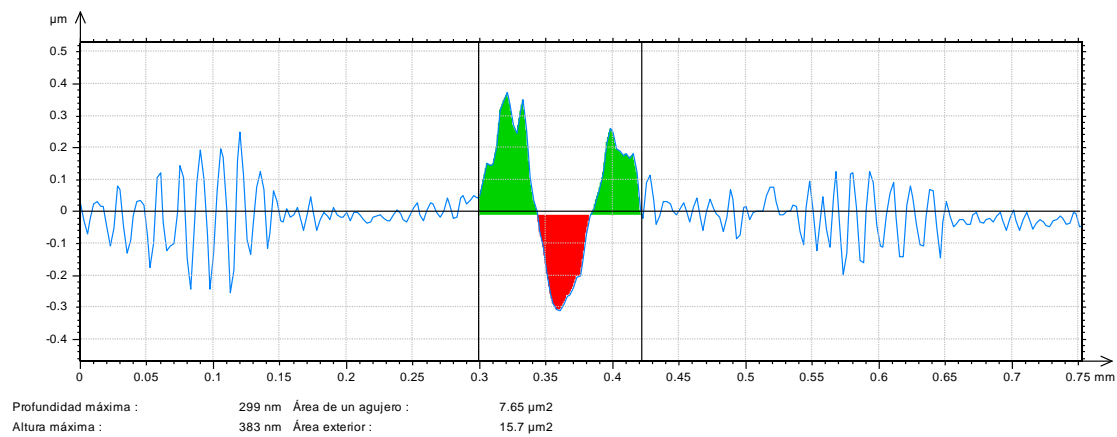


Figura 6.79 Perfil medio de la huella del ensayo LNTf-102

	Volumen de desgaste ( $\text{mm}^3$ )	Tasa de desgaste ( $\text{mm}^3/\text{m}\cdot\text{N}$ )
Media	$1,23 \cdot 10^{-3}$	$2,46 \cdot 10^{-6}$
Desviación	$6,21 \cdot 10^{-4}$	$1,24 \cdot 10^{-6}$

Tabla 6.14. Valores del volumen y tasa de desgaste del ensayo LNTf-102

➤ Microperfilometría tridimensional

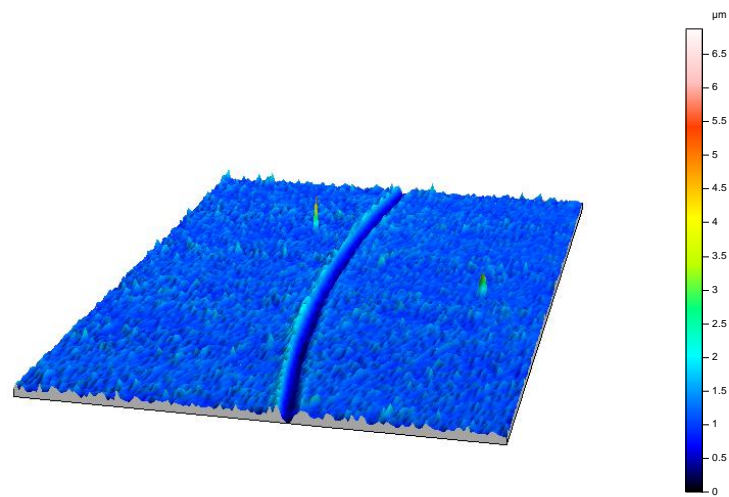


Figura 6.80 Perfil topográfico tridimensional de la huella del ensayo LNTf-102

